

Technische Universität München

Möglichkeiten zur Beeinflussung
der mechanischen Eigenschaften
von kaltgewalzten TRIP-Stählen

Birgit Röthler

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen
der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs
genehmigten Dissertation.

Vorsitzender:

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr. mont. habil. Ewald Werner
2. o. Univ.-Prof. Dipl. Ing. Dr. techn. H.-Peter Degischer,
Technische Universität Wien/Österreich

Die Dissertation wurde am 18.05.2005 bei der Technischen Universität München
eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen
am 06.10.2005 angenommen.

Abstract

During the last years steel research has been focussing on the development of low alloyed high strength steels. Particularly TRIP and dual phase steel grades and other multiphase steels have been subject to extensive investigation.

These recently developed grades have in common hard particles of one or more phases (e.g. austenite or martensite), which are dispersed in a ductile matrix (e.g. ferrite). The strength of the materials is also influenced by these small particles.

The microstructure of TRIP steels is a compound of retained austenite, bainite and ferrite. Within these steel grades one takes advantage of an effect that is also reflected in the acronym "TRIP": transformation induced plasticity.

During transformation induced plasticity metastable austenite is transformed into martensite, which induces geometrical necessary dislocations to accommodate the resulting volume expansion and shear. Since this causes higher local hardening, the onset of plastic strain is delayed. Hence, TRIP steels exhibit high strength (high yield stress and tensile strength) together with good ductility (high uniform ductility and ultimate strain).

Within the scope of this work twelve alloys with different compositions were investigated to highlight the possibilities of improving the mechanical properties of low alloyed, cold rolled TRIP steels and to achieve better understanding of the strengthening mechanisms.

In the first part of the thesis the theoretical background and conventional alloying concepts were explicated and the phase transformations occurring during thermal treatment typical for TRIP steels are described. Additionally the issue of the mechanical properties associated with the microstructure was addressed. At this particularly the in-situ properties of the constituents (e.g. increased ferrite hardness by solid solution strengthening, grain size of the constituent parts, morphology of bainite) play an important role, because they directly affect the mechanical properties of the TRIP steel.

The mechanical properties of cold rolled TRIP steel strips are not only influenced by the phase fractions but also by their geometrical arrangement and the gradient of the tensile strength of the matrix and of the precipitates. A two-phase material work hardens faster than a one-phase material, all the more the higher the volume fraction of the harder phase, and the larger the difference between the yield strengths of the matrix and of the second phase. Furthermore the mechanical properties of TRIP steels are determined by the amount of retained austenite and its stability against strain induced transformation.

This deformation induced transformation of austenite into martensite is crucial for the outstanding combination of high strength and good ductility. The phase transformation adds a hard phase to the microstructure, which induces geometrical necessary dislocations in the surrounding ferrite to compensate the volume expansion and the stress caused by the transformation. Thereby the uniform elongation is increased.

To achieve an optimum TRIP effect the deformation induced transformation of austenite to martensite has to proceed continuously preferably within the whole transformation range. The stabilisation of the retained austenite against strain induced martensitic transformation is the crucial step during processing.

The second part of this work gives an overview on the possibilities and approaches towards increasing the strength of TRIP steels already investigated in detail: solid

solution strengthening, increasing the austenite fraction, micro-alloying (strengthening by means of grain size reduction and precipitation hardening), and TRIP steels with alternative matrix variants.

The influence of the alloying elements on the phase fraction of the austenite formed in the $\alpha+\gamma$ two-phase range and the maximum available carbon concentration in austenite by diffusionless transformation according to the T_0 -concept were calculated using ThermoCalc software.

In the third, experimental section of the thesis the re-crystallisation kinetics, dissolution of cementite and the formation of austenite in the $\alpha+\gamma$ two-phase range were investigated on the basis of annealing experiments at different holding temperatures, various holding times, and subsequent quenching in water. Additionally the effects of the alloying elements were examined by cooling samples to ambient temperature in the dilatometer with different cooling rates after full austenitisation.

According to the results of this theoretical and experimental studies, the conditions for the annealing in the $\alpha+\gamma$ two-phase range were fixed. Annealing simulations and further dilatometric experiments were conducted to reveal the influence of the cooling rate after the intercritical annealing and the parameters of the isothermal holding in the overaging-zone on the microstructure and the mechanical properties. To afford the clear distinction of the phases under the light optical microscope the samples were subjected to a special etching technique using Nital and *Le Pera* or *Klemm* - colour etchants. More detailed examination of selected samples was conducted by using transmission electron microscopy. The retained austenite fraction was determined by a magnetic method. Tensile testing was used to get information about the mechanical behaviour of the material.

From the experiments with the molybdenum alloyed samples can be concluded that the molybdenum concentrations used were much too high for a TRIP steel with conventional matrix, because not only pre-eutectoid ferrite formation is delayed, but also bainite formation is severely hindered. Hence, contrary to the literature, the bainite cannot be sufficiently stabilised by means of enrichment with carbon, neither during cooling nor by extended isothermal holding at relatively low overaging temperatures.

The grain refining and therefore strengthening effect of niobium is quite efficient: By adding small amounts of niobium considerable increase of strength can be achieved without changing the other processing parameters, like the annealing. Concerning the use of the Hall-Petch equation to calculate the strengthening effect of the reduced grain size, it must be kept in mind that this approximation is valid for the description of the tensile strength only with some restrictions.

By adding nickel, copper and chromium the fraction of bainite can be increased. But with higher cooling rates there is a certain risk of formation of pre-bainitic martensite, which in turn jeopardises the fraction of retained austenite and with it the desired mechanical properties of the material. In general, the alloys with increased contents of nickel, copper or chromium are more sensitive to changes of the cooling rate. Compared to the basis alloy, the retained austenite stability against strain induced martensitic transformation is increased in the nickel-alloyed materials.

From apparently contradictory results of the experiments with the chromium-alloyed the conclusion can be drawn that the chromium is only partly precipitated as carbides, since the most probable explanation for the observed behaviour is a combined effect of chromium in solid solution and in the form of carbide particles.

The best combination of mechanical properties is achieved with the alloys where the silicon and/or manganese concentration was varied. After optimised annealing they show excellent mechanical behaviour and fulfil the requirements of the key features for a "TRIP 1000" according to the standard. The crucial factor within the optimisation of the processing parameters is the cooling from the intercritical anneal to the isothermal holding at the overaging temperature. For increased silicon contents with simultaneously decreased manganese contents relatively much pre-eutectoid ferrite is formed during slow cooling because of the ferrite stabilising effect of silicon. Thereby the austenite is stabilised because of carbon enrichment. If else the manganese content is increased, the austenite stabilising effect of manganese becomes apparent - especially during the intercritical anneal and the overaging treatment: During the annealing in the $\alpha+\gamma$ two-phase temperature range more austenite is formed, which is exceedingly likely to be transformed during the isothermal holding in the overaging zone.

Zusammenfassung

In der Stahlforschung wurde in den letzten Jahren viel in die Entwicklung sogenannter höher- und höchstfester Stähle investiert. Besonders intensiv wurden und werden in diesem Zusammenhang vor allem Dualphasen- und TRIP-Stähle sowie einige andere sogenannte Mehrphasen-Stähle untersucht.

Vielen von diesen in den letzten Jahren entwickelten Stahlgüten gemeinsam ist das Prinzip, dass in einer für die Duktilität des Materials verantwortlichen Matrix (z.B. Ferrit) harte Teilchen einer (oder mehrerer) weiterer Phasen (z.B. Austenit oder Martensit) dispergiert sind, die zusätzlich die Festigkeit mitbestimmen.

Das Gefüge von TRIP-Stählen setzt sich aus Restaustenit, Bainit und Ferrit zusammen. Beim TRIP-Stahl wird ein Effekt genutzt, der auch im namensgebenden Akronym „TRIP“ (für Transformation Induced Plasticity (umformungsinduzierte Plastizität)) zum Ausdruck kommt:

Bei der verformungsinduzierten Umwandlung des metastabilen Restaustenits in Martensit werden durch die Volumenzunahme und die Scherung geometrisch notwendige Versetzungen im umgebenden Ferrit induziert, der die Volumenexpansion und die Spannungen aufnehmen muss, die dadurch entstehen. Durch diese zusätzliche lokale Verfestigung wird die Gleichmaßdehnung zu höheren Dehnungswerten verschoben. Daher zeichnen sich TRIP - Stähle durch sehr hohe Festigkeit (hohe Streckgrenze und Zugfestigkeit) bei gleichzeitig guter Umformbarkeit (hohe Gleichmaß- und Bruchdehnung) aus.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden anhand von zwölf Stählen verschiedene Möglichkeiten zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten, niedrig legierten TRIP-Stählen untersucht, um ein besseres Verständnis der festigkeitssteigernden Mechanismen zu erhalten.

Im ersten Abschnitt der Arbeit wurden zunächst die theoretischen Grundlagen und konventionelle Legierungs- und Wärmebehandlungskonzepte für kaltgewalzte TRIP-Stähle erläutert, sowie die während einer für TRIP-Stähle typischen Wärmebehandlung ablaufenden Phasenumwandlungen beschrieben. Außerdem wurde auf die Zusammenhänge zwischen der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten TRIP-Stählen eingegangen: Hierbei spielen vor allem die in-situ Eigenschaften der Gefügebestandteile, z.B. die Härte des Ferrits durch Mischkristallhärtung, die Korngrößen der Gefügebestandteile, oder auch die Bainitmorphologie eine wesentliche Rolle, da sich diese unmittelbar auf die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls auswirken.

Die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Kaltbandes werden nicht nur durch die Phasenanteile der unterschiedlichen Gefügebestandteile bestimmt, sondern sind auch von deren geometrischer Anordnung zueinander und dem Festigkeitsgradienten zwischen Matrix und zweiter Phase abhängig. Ein Zweiphasenwerkstoff verfestigt schneller als ein einphasiger Vielkristall, und zwar um so mehr, je größer der Volumenanteil der harten Phase ist und je mehr die Fließgrenze (oder die Härte) des harten Bestandteiles jene der Matrix übersteigt. Die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls werden außerdem wesentlich durch die Menge an Restaustenit und seine Stabilität gegenüber mechanisch induzierter Umwandlung bestimmt.

Diese verformungsinduzierte Umwandlung von Austenit in Martensit ist im TRIP-Stahl ausschlaggebend für die hervorragende Kombination aus hoher Festigkeit und guter Verformbarkeit. Durch die Phasenumwandlung wird eine harte Phase zur

Mikrostruktur hinzugefügt, die geometrisch notwendige Versetzungen im umgebenden Ferrit induziert, der die Volumenexpansion und die Spannungen kompensieren muss, die durch die Phasenumwandlung entstehen. Durch diese zusätzliche lokale Verfestigung wird die Gleichmaßdehnung zu höheren Dehnungswerten verschoben. Um einen optimalen TRIP-Effekt zu erzielen, muss die verformungsinduzierte Umwandlung des Austenits in Martensit möglichst gleichmäßig im gesamten Umformungsbereich erfolgen. Die Stabilisierung des Restaustenits gegenüber der verformungsinduzierten Martensitbildung stellt daher den entscheidenden Schritt in der Herstellung des Materials dar.

Der zweite Abschnitt enthält eine Übersicht über die Möglichkeiten und bereits näher untersuchten Ansätze zur Festigkeitssteigerung – Mischkristallhärtung, Erhöhung des Restaustenitgehalts, Mikrolegierung (höhere Festigkeiten durch Kornfeinung und Ausscheidungshärtung) und TRIP-Stähle mit alternativen Matrixvarianten.

Der Einfluss der Legierungselemente auf den Phasenanteil des im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet gebildeten Austenits sowie der gemäß dem T_0 -Konzept durch diffusionslose Umwandlung maximal erreichbare Kohlenstoffgehalt im Austenit wurden mittels thermodynamischer Berechnungen mit dem Programm ThermoCalc abgeschätzt.

Im dritten Abschnitt der Arbeit, dem experimentellen Teil, wurden die Rekristallisationskinetik, die Auflösung von Zementit und die Austenitbildung anhand von Glühversuchen im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet mit unterschiedlichen Halte-temperaturen und -zeiten und anschließendem Abschrecken in Wasser untersucht. Zusätzlich wurde die Wirkung der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten während des Abkühlens studiert, indem Proben im Dilatometer nach vollständiger Austenitisierung mit verschiedenen Kühlraten auf Raumtemperatur abgekühlt wurden.

Nach Auswertung dieser theoretischen und experimentellen Ergebnisse wurden die Bedingungen für die Glühbehandlung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet festgelegt. In Glühsimulationen und weiteren Dilatometerversuchen wurden der Einfluss der unterschiedlichen Kühlraten nach der interkritischen Glühung sowie der Parameter für das isotherme Halten in der Overagingzone auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften untersucht. Um die einzelnen Phasen im Gefüge der Proben im Lichtmikroskop möglichst genau unterscheiden zu können, wurde eine Ätzung mit Nital mit einer speziellen Farbätzung (nach *Le Pera* bzw. *Klemm*) kombiniert. Detailliertere Untersuchungen einiger ausgewählter Proben wurden im Transmissionselektronenmikroskop durchgeführt. Der Restaustenitgehalt der Proben aus den Glühsimulationen und den Dilatometerversuchen wurde mittels einer magnetischen Methode bestimmt. In Zugversuchen wurden die mechanischen Eigenschaften der Proben aus den Glühversuchen untersucht.

Als wesentliche Schlussfolgerung aus den Versuchen mit den molybdänlegierten Varianten ist festzustellen, dass die verwendeten Molybdänkonzentrationen zu hoch für einen TRIP-Stahl mit konventioneller Matrix sind, da dadurch nicht nur die voreutektoide Ferritbildung, sondern – entgegen der Literaturangaben – auch die Bainitbildung allzu stark verzögert wird. Dadurch kann der Restaustenit während der Abkühlung und auch durch langes isothermes Halten auf relativ niedrigen Overagingtemperaturen nicht mehr ausreichend durch Kohlenstoffanreicherung stabilisiert werden.

Die kornfeinende und damit festigkeitssteigernde Wirkung von Niob ist sehr effektiv: Durch Zugabe kleiner Niob-Mengen kann auch ohne Modifikation der übrigen

Herstellungsparameter (Wärmebehandlung) eine deutliche Festigkeitssteigerung erreicht werden. Allerdings ist die Anwendung der Hall-Petch-Beziehung im Verfestigungsbereich (also zur Beschreibung der Änderung der Zugfestigkeit mit der Korngröße) nur unter leicht vereinfachenden Annahmen zulässig.

Durch Zulegen von Nickel, Kupfer oder Chrom kann die Bainitmenge im Gefüge gesteigert werden. Allerdings besteht bei hohen Kühlraten die Gefahr der vorbainitischen Martensitbildung, was auf Kosten des Restaustenitanteils und damit der gewünschten mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls geht. Insgesamt reagieren die Legierungen, in denen erhöhte Nickel-, Kupfer- bzw. Chromgehalte untersucht wurden, besonders stark auf Änderungen der Kühlrate reagieren. Bei den Nickel-Varianten ist im Vergleich mit der Basislegierung auch die Restaustenitstabilität gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung erhöht.

Zunächst widersprüchlich erscheinende Ergebnisse der Versuche mit erhöhtem Chrom-Gehalt lassen darauf schließen, dass das zulegierte Chrom nur zum Teil als Karbid ausgeschieden ist – eine Kombination der Effekte von gelöstem und ausgeschiedenem Chrom ist am wahrscheinlichsten.

Die besten Eigenschaftskombinationen wurden mit Legierungen der Silizium/Mangan-Serie erzielt. Diese besitzen hervorragende mechanische Eigenschaften – sie entsprechen bei optimaler Wärmebehandlung den in der Norm geforderten mechanischen Kennwerten eines „TRIP 1000“. Bei der Optimierung der Wärmebehandlung ist besonders auf die Zwischenkühlrate zu achten: Bei erhöhtem Si- und gleichzeitig abgesenktem Mn-Gehalt wird durch den ferritstabilisierenden Effekt des Siliziums während langsamer Zwischenkühlung relativ viel voreutektoider Ferrit gebildet, was zur Stabilisierung des Austenits durch Kohlenstoffanreicherung führt. Bei erhöhtem Mangangehalt hingegen kommt – besonders während der interkritischen Glühung und der Overagingbehandlung – die austenitstabilisierende Wirkung des Mangans zum Tragen: Beim Glühen im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet wird mehr Austenit gebildet, der dann beim isothermen Halten in der Bainitzone besonders umwandlungsfreudig ist.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde in den Jahren 2002 bis 2005 in der voestalpine Stahl GmbH Linz, Abteilung B3E (Unternehmensbereich Kaltband/Veredelung, Forschung und Entwicklung) in Zusammenarbeit mit der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität München durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. mont. habil. Ewald Werner, dem Vorstand des Lehrstuhles für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik an der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität München, möchte ich für die bereitwillige Unterstützung und Förderung dieser Arbeit meinen ganz besonderen Dank aussprechen.

Ebenso habe ich in der voestalpine Stahl GmbH Linz Frau Dipl. Ing. Dr. Sandra Traint und Herrn Dipl. Ing. Dr. Andreas Pichler zu danken.

Herrn Prof. Dipl. Ing. Dr. techn. Hans-Peter Degischer, vom Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie der TU Wien, danke ich für unbürokratische Zusammenarbeit und die Übernahme des Koreferats.

Außerdem bedanke ich mich bei meinen Kollegen, besonders bei Herrn Mag. Martin Klein, Herrn Dipl. Ing. Christian Commenda und Herrn Dipl. Ing. Guido Tischler, für viele interessante Diskussionen und Gespräche.

Linz, im April 2005

Birgit Röthler

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	3
1 Einleitung.....	5
2 Niedriglegierte TRIP - Stähle	7
2.1 Konventionelle Legierungskonzepte für kaltgewalzte TRIP-Stähle	7
2.2 Phasenumwandlungen während der Wärmebehandlung.....	9
2.3 Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften.....	10
3 Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung	15
3.1 Mischkristallhärtung	15
3.2 Erhöhung des Restaustenitanteils	16
3.3 Mikrolegierung - Höhere Festigkeit durch Kornfeinung und Ausscheidungshärtung	17
3.4 TRIP-Stähle mit alternativen Matrixvarianten	22
4 Erhöhung des Bainitanteils	25
5 Effekte der Legierungselemente	26
5.1.1 Kohlenstoff	26
5.1.2 Silizium & Mangan.....	27
5.1.3 Aluminium	28
5.1.4 Molybdän & Niob	28
5.1.5 Nickel & Kupfer	29
5.1.6 Chrom	30
6 Experimentelles	32
6.1 Herstellung des Probenmaterials.....	32
6.2 Thermodynamische Berechnungen.....	34
6.3 Untersuchungen	40
6.3.1 Glühsimulationen.....	40
6.3.2 Gefügecharakterisierung.....	40
6.3.3 Dilatometrie	42
6.3.4 Restaustenitgehalt und Restaustenitstabilität.....	43
6.3.5 Mechanische Eigenschaften.....	45
7 Ergebnisse.....	46
7.1 Vollständige Austenitisierung im Dilatometer	46
7.1.1 Dilatometrie	46
7.1.2 Mikrostruktur nach vollständiger Austenitisierung & Abkühlung im Dilatometer	49
7.2 Interkritische Glühung.....	53

7.2.1	Einfluss der interkritischen Glüh­temperatur auf die mechanischen Eigenschaften nach Overaging­behandlung.....	58
7.3	Zwischenkühlung	60
7.3.1	Dilatometrie: Abkühlung aus dem $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet	60
7.3.2	Mechanische Eigenschaften nach Vor- bzw. Zwischenkühlung	66
7.4	Overagingversuche	69
7.4.1	Dilatometrie – Ergebnisse der Overagingversuche.....	69
7.4.2	Mikrostruktur nach Overaging­behandlung im Dilatometer bzw. im MULTIPAS.....	82
7.4.3	In der Bainitzone unterbrochene Glühversuche bzw. Dilatometersversuche mit Kühlratenwechsel	94
7.4.4	Mechanische Eigenschaften und Restaustenitgehalt nach Overaging­Behandlung	96
8	Diskussion	108
8.1	Wirkung von Molybdän und Niob	108
8.2	Wirkung von Nickel, Kupfer und Chrom	114
8.2.1	Nickel und Kupfer.....	114
8.2.2	Chrom	116
8.3	Wirkung von Mangan und Silizium.....	119
8.4	Überblick über die Wirkungen der Legierungselemente.....	120
9	Zusammenfassung.....	121
	Bibliographie	123

1 Einleitung

Die moderne Stahlforschung muss sich immer mehr mit sehr speziellen Forderungen der weiterverarbeitenden Industrie auseinandersetzen.

So sind beispielsweise Automobilhersteller bestrebt, im Fahrzeugbau durch Gewichtsreduktion den Treibstoffverbrauch zu senken, wobei gleichzeitig die Fahrgast - Sicherheit erhöht werden soll.

Daher wurde in den letzten Jahren viel in die Entwicklung sogenannter höher- und höchstfester Stähle investiert. Besonders intensiv wurden und werden in diesem Zusammenhang vor allem Dualphasen- und TRIP-Stähle sowie einige andere sogenannte Mehrphasen-Stähle untersucht.

Vielen von diesen in den letzten Jahren entwickelten Stahlgüten gemeinsam ist das Prinzip, dass in einer für die Duktilität des Materials verantwortlichen Matrix (z.B. Ferrit) harte Teilchen einer (oder mehrerer) weiterer Phasen (z.B. Austenit oder Martensit) dispergiert sind, die zusätzlich die Festigkeit mitbestimmen.

Im Dual-Phasen-Stahl sind es Martensitpartikel in einer ferritischen Matrix. Ein typisches Dualphasengefüge weist eine niedrige Streckgrenze, hohe Verfestigung und eine hohe Zugfestigkeit in Kombination mit einer sehr guten Gleichmaß- und Bruchdehnung auf. Unter großtechnischen Herstellbedingungen lässt sich allerdings die Bildung von geringen Mengen an Restaustenit, Bainit oder angelassenem Martensit nicht immer vermeiden, wodurch sich die Eigenschaften des erzielten Materials wesentlich verändern können.

Bei partiell martensitischen (PM-)Stählen besteht das Gefüge aus Martensit, angelassenem Martensit, Bainit und Ferrit. Signifikante Mengen an Bainit und angelassenem Martensit werden hier gezielt zur Erhöhung der Festigkeit eingesetzt. PM-Stähle weisen im Vergleich mit DP-Stählen der gleichen Festigkeit eine deutlich höhere Streckgrenze und etwas niedrigere Dehnungswerte auf. Partiiell martensitische Stähle eignen sich durch die geringeren Festigkeitsunterschiede zwischen den Gefügebestandteilen besser für Umformungen mit stark lokalisierten Dehnungen, wie sie beispielsweise bei Biege- und Kantverformungen auftreten.

Das Gefüge von TRIP-Stählen setzt sich aus Restaustenit, Bainit und Ferrit zusammen.

Beim TRIP-Stahl wird zusätzlich ein weiterer Effekt genutzt, der auch im namensgebenden Akronym „TRIP“ (für Transformation Induced Plasticity (umformungsinduzierte Plastizität)) zum Ausdruck kommt:

Bei der verformungsinduzierten Umwandlung des metastabilen Restaustenits in Martensit werden durch die Volumenzunahme und die Scherung geometrisch notwendige Versetzungen im umgebenden Ferrit induziert, der die Volumenexpansion und die

Spannungen kompensieren muss, die dadurch entstehen. Durch diese zusätzliche lokale Verfestigung wird die Gleichmaßdehnung zu höheren Dehnungswerten verschoben. Daher zeichnen sich TRIP - Stähle durch sehr hohe Festigkeit (hohe Streckgrenze und Zugfestigkeit) bei gleichzeitig guter Umformbarkeit (hohe Gleichmaß- und Bruchdehnung) aus.

In der vorliegenden Arbeit sollten Möglichkeiten zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten TRIP-Stählen untersucht werden. Hierzu wurden anhand von 12 Legierungen die Auswirkungen verschiedener Elemente (Molybdän, Niob, Nickel, Kupfer, Chrom, Silizium und Mangan) und der Einfluss der wichtigsten Prozessparameter auf die während der Wärmebehandlung stattfindenden Phasenumwandlungen, die Mikrostruktur und die resultierenden mechanischen Eigenschaften des Stahls im Labor analysiert.

Die dazu notwendigen Glühsimulationen (unterbrochene Glühversuche und simulierte Overagingversuche) wurden an kleintechnisch kaltgewalztem Material durchgeführt.

Die Charakterisierung der stattfindenden Phasenumwandlungen erfolgte mit Hilfe von Dilatometerversuchen, magnetischen Messungen und licht- und elektronenmikroskopischen Untersuchungsmethoden, sowie anhand der Ergebnisse aus Zugversuchen.

2 Niedriglegierte TRIP - Stähle

2.1 Konventionelle Legierungskonzepte für kaltgewalzte TRIP-Stähle

Der Effekt der verformungsinduzierten Martensitbildung wurde bereits vor mehr als 3 Jahrzehnten von Zackay et al. [1] erstmals beschrieben. Die verformungsinduzierte Plastizität wurde damals an hochlegierten Cr-Ni-Stählen beobachtet. Aufgrund der hohen Legierungskosten wurden diese aber nicht für die Verwendung im Automobilbau in Betracht gezogen. Durch eine spezielle Wärmebehandlung und den gezielten Einsatz von Legierungselementen, die die Ausscheidung von Karbiden verzögern, kann auch in niedriglegierten Stählen ausreichend viel Restaustenit bei Raumtemperatur stabilisiert werden. Diese Restaustenit-Stabilisierung wird hauptsächlich durch Kohlenstoff und Mangan erzielt.

Hierzu ist anzumerken, dass in diesem Zusammenhang mit dem Begriff der Stabilität nicht die thermodynamische Stabilität des Austenits gegenüber einer anderen Phase gemeint ist. Stattdessen wird damit der Widerstand beschrieben, den der Austenit der Umwandlung zu Martensit entgegensetzt. Allerdings ist diese Größe proportional dem Gewinn an freier Enthalpie bei einer Phasenumwandlung und korreliert dementsprechend auch mit der thermodynamischen Stabilität der vorhandenen und der entstehenden Phase [2, 3].

Dass Kohlenstoff und Mangan sich besonders gut als Stabilisatoren für den Restaustenit eignen, wird auch anhand der großen Vorfaktoren für C und Mn in verschiedenen Formeln deutlich, die häufig zur Abschätzung der Martensitstarttemperatur in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung verwendet werden. Hierbei ist zu beachten, dass diese Schlussfolgerung nicht automatisch für alle in diesen Formeln vorkommenden Legierungselemente zulässig ist: So erweitern beispielsweise Chrom, Molybdän, Vanadium oder Wolfram im Eisen-Kohlenstoff-Phasendiagramm das Ferritgebiet, obwohl sie in den angegebenen Formeln die Martensitstarttemperatur senken. Umgekehrt wirkt Kobalt austenitstabilisierend, weist aber in der zweiten hier angeführten Formel einen Positivbeitrag zur Martensitstarttemperatur auf [2, 4]:

$$M_S = 539 - 423 \cdot m(C) - 30.4 \cdot m(Mn) - 17.7 \cdot m(Ni) - 12.2 \cdot m(Cr) - 7.5 \cdot m(Mo)$$

$$M_S = 550 - 350 \cdot m(C) - 40 \cdot m(Mn) - 35 \cdot m(V) - 20 \cdot m(Cr) - 17 \cdot m(Ni) - 10 \cdot m(Cu) \\ - 10 \cdot m(Mo) - 8 \cdot m(W) + 15 \cdot m(Co) + 30 \cdot m(Al)$$

mit M_S Martensitstarttemperatur in °C

m Massenprozent des jew. Legierungselements in der Legierung

Konventionelle TRIP-Stähle enthalten typischerweise 0.15 bis 0.4 Massenprozent Kohlenstoff, 1 bis 2 Massenprozent Silizium und 1 bis 2 Massenprozent Mangan.

Hierbei dienen Kohlenstoff und Mangan hauptsächlich der Stabilisierung des Restaustenits, während Silizium in erster Linie die Ausscheidung von Karbiden unterdrücken soll, um bei der Overagingbehandlung in der Bainitstufe eine bessere Anreicherung des Austenits mit Kohlenstoff erreichen zu können. Im Allgemeinen wird diese Wirkung des Siliziums so erklärt, dass Silizium aufgrund seiner geringen Löslichkeit im Karbid erst von der Umwandlungsfront weg diffundieren muss, bevor sich stabile (Misch-)Karbide bilden können.

Zusätzlich wirkt sich auch die Ferrit-Mischkristallhärtung durch Silizium und Mangan positiv auf die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls aus. Zahlreiche Publikationen beschäftigen sich mit der Herstellung und speziell der Wärmebehandlung der kaltgewalzten Bleche, und dem Einfluss der Legierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften und die Stabilität des Restaustenits gegenüber der verformungsinduzierten Martensitbildung [3, 5 - 22].

Die in dieser ersten Generation von niedriglegierten TRIP-Stählen eingesetzten hohen Siliziumgehalte wirken sich allerdings nachteilig auf die Walzbarkeit bzw. Oberflächenqualität der Bleche aus: Bei hohen Siliziumanteilen in der Legierung bildet sich auf dem Warmband stark haftender Zunder, der die weitere Verarbeitung zum Kaltband erschwert. Bei der kontinuierlichen Glühbehandlung kann es zur Pickelbildung auf den Rollen kommen, wodurch Eindrücke auf den nachfolgenden Bändern entstehen können [23].

Außerdem wird die Feuerverzinkbarkeit von TRIP-Stählen dieser konventionellen Zusammensetzung durch den relativ hohen Siliziumanteil stark beeinträchtigt [24 – 27; 36; 37].

Um diese beträchtlichen Nachteile zu vermeiden, muss der Siliziumgehalt deutlich abgesenkt werden. Gleichzeitig muss die – bei niedrigeren Siliziumanteilen in der Legierung fehlende – verzögernde Wirkung des Siliziums auf die Ausscheidung von Karbiden durch Zulegieren anderer Elemente aufrecht erhalten werden.

Elemente, die wegen ihrer schlechten Löslichkeit im Zementit ähnlich wie Silizium als Karbidhemmer fungieren können, sind Aluminium, Phosphor und Kupfer – sie wurden daher in den letzten Jahren verstärkt hinsichtlich ihrer Eignung als Substituenten für Silizium untersucht [17, 18, 25, 26, 28 - 30, 32].

2.2 Phasenumwandlungen während der Wärmebehandlung

Für die zielgerichtete Entwicklung einer Legierung ist es notwendig, möglichst genau über die während der Wärmebehandlung ablaufenden Phasenumwandlungen und den Einfluss der Legierungszusammensetzung auf diese Bescheid zu wissen.

Die Legierungselemente haben nicht nur auf den Verlauf der Umwandlung Einfluss, sondern verändern bei einer Glühung des Kaltbands, die im Zweiphasengebiet beginnt, auch entscheidend den Anteil und die Zusammensetzung – und hier insbesondere den Kohlenstoffgehalt – des gebildeten Austenits, da sie die Phasengrenzen im Fe-C-Diagramm verschieben und auch die Kinetik der ablaufenden Reaktionen verändern können [93 - 97].

Die so variierte Ausgangssituation hinsichtlich Stabilität und Menge des Austenits muss bei der Interpretation der Vorgänge während der anschließenden Wärmebehandlung berücksichtigt werden.

Eine für kaltgewalzte TRIP-Stähle typische Wärmebehandlung (siehe Abbildung 1) beginnt mit der Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet – hier erfolgen bei ca. 780 - 840 °C während einer Haltedauer von wenigen Minuten Rekristallisation und Zementitauflösung sowie die Bildung von Austenit.

Nach der interkritischen Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet wird das Material auf die Overagingtemperatur abgekühlt. Während dieser, im folgenden als Zwischenkühlung bezeichneten, Abkühlung zwischen der interkritischen Glühtemperatur und der Haltephase in der Bainitstufe bildet sich normalerweise voreutektoider Ferrit, wodurch der Restaustenit mit Kohlenstoff angereichert wird.

Perlitbildung sollte vermieden werden, da durch die Ausscheidung der perlitischen Zementitlamellen nicht mehr genügend Kohlenstoff zur Anreicherung im Austenit zur Verfügung stehen würde – die Temperatur des Bandes darf daher nicht zu lang im Intervall zwischen etwa 700 und 550 °C sein. Die während der Kühlung entstehende Ferritmenge ist von der Legierungszusammensetzung, den interkritischen Glühbedingungen, der Kühlrate nach der interkritischen Glühung und der Mikrostruktur (Korngröße) abhängig.

Während des isothermen Haltens in der Bainitstufe findet vor allem die gewünschte Stabilisierung des Austenits durch Kohlenstoffanreicherung statt: Durch die Umwandlung von Austenit in Bainit wird Kohlenstoff in den verbleibenden Austenit gedrängt, wodurch dieser stabiler wird – sowohl gegen die thermische Bildung von Martensit während der abschließenden Kühlung auf Raumtemperatur, als auch gegen eine verformungsinduzierte Umwandlung in Martensit nach der Abkühlung.

Die thermodynamische Treibkraft für die Bainitbildung ist bei niedrigeren Temperaturen größer, die Kinetik hingegen ist bei höheren Temperaturen schneller. Die Overagingbehandlung muss also hinsichtlich Haltetemperatur und -dauer so optimiert werden, dass ausreichend viel Bainit gebildet wird, um den Restaustenit mit Kohlenstoff anzureichern und bei Raumtemperatur zu stabilisieren.

Dabei besteht speziell bei höheren Overaging-Temperaturen bzw. längeren Overaging-Zeiten auch die Gefahr der Karbidbildung. Diese Ausscheidung von Karbidteilchen geht auf Kosten der Kohlenstoffanreicherung im Restaustenit und ist daher unerwünscht.

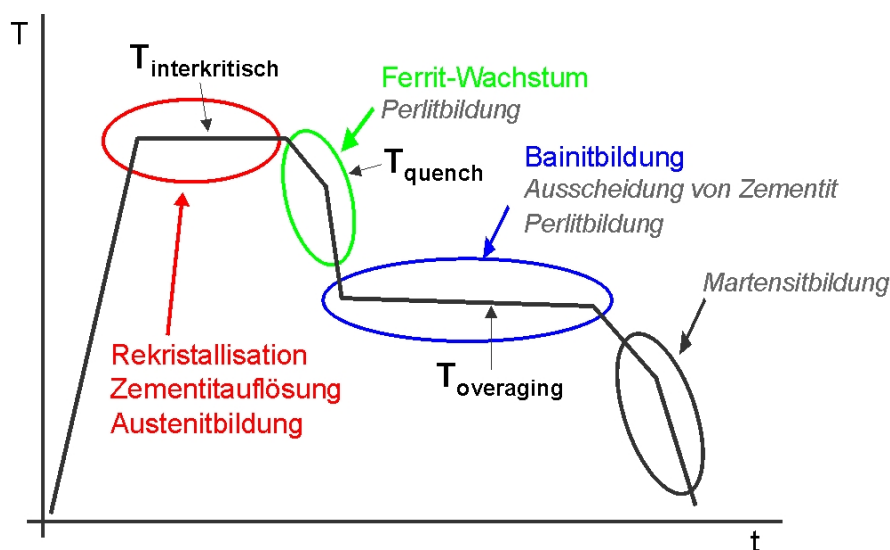


Abbildung 1. Typischer TRIP-Wärmebehandlungszyklus (*kursiv*: zu unterdrückende Phasenbildung)

2.3 Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften

Die Legierungselemente und die Wärmebehandlung beeinflussen die stattfindenden Phasenumwandlungen und damit die resultierende Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften des Materials [98 - 102]. Zusätzlich verändern sie die in-situ Eigenschaften der Gefügebestandteile, z.B. die Härte des Ferrits durch Mischkristallhärtung, die Korngrößen der Gefügebestandteile, oder auch die Bainitmorphologie, was sich unmittelbar auf die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls auswirkt.

Die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Kaltbandes werden nicht nur durch die Phasenanteile der unterschiedlichen Gefügebestandteile bestimmt, sondern sind auch von deren geometrischer Anordnung zueinander und der Festigkeitsdifferenz zwischen Matrix und zweiter Phase abhängig. Ein Zweiphasenwerkstoff verfestigt schneller als ein einphasiger Vielkristall, und zwar um so mehr, je größer der Volumenanteil der harten

Phase ist und je mehr die Fließgrenze (oder die Härte) des harten Bestandteiles jene der Matrix übersteigt [161].

Die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls werden außerdem wesentlich durch die Menge an Restaustenit und seine Stabilität gegenüber mechanisch induzierter Umwandlung bestimmt.

Diese verformungsinduzierte Umwandlung von Austenit in Martensit ist im TRIP-Stahl ausschlaggebend für die hervorragende Kombination aus hoher Festigkeit und guter Verformbarkeit. Durch die Phasenumwandlung wird eine harte Phase zur Mikrostruktur hinzugefügt, die geometrisch notwendige Versetzungen im umgebenden Ferrit induziert, der die Volumenexpansion und die Spannungen kompensieren muss, die durch die Phasenumwandlung entstehen. Durch diese zusätzliche lokale Verfestigung wird die Gleichmaßdehnung zu höheren Dehnungswerten verschoben.

Um einen optimalen TRIP-Effekt zu erzielen, muss die verformungsinduzierte Umwandlung des Austenits in Martensit möglichst gleichmäßig im gesamten Umformungsbereich erfolgen. Die Stabilisierung des Restaustenits gegenüber der verformungsinduzierten Martensitbildung stellt daher den entscheidenden Schritt in der Herstellung des Materials dar. Allerdings gibt es für die Anreicherung des Austenits mit Kohlenstoff durch Bainitbildung eine Grenze, die aus thermodynamischen Gründen unterhalb des vom Phasendiagramm theoretisch vorgegebenen maximalen Kohlenstoffgehalts liegt. Nimmt man für die Bainitbildung einen diffusionslosen Mechanismus an, erfolgt zunächst die Ferritbildung displaziv (ähnlich der Martensitbildung) und erst danach die Umverteilung des im Ferrit im Überschuss vorliegenden Kohlenstoffs in den umgebenden Austenit. Für eine bestimmte Temperatur T und Kohlenstoffkonzentration x_C ist die Treibkraft für die diffusionslose Umwandlung durch die Differenz der Gibbs'schen freien Energien $\Delta G_m(x_C, T) = G_m^\gamma(x_C, T) - G_m^\alpha(x_C, T)$ gegeben (Abbildung 2). Da der Austenit während der Bainitbildung mit Kohlenstoff angereichert wird, wird eine diffusionslose Umwandlung thermodynamisch unmöglich, sobald der Kohlenstoffgehalt einen kritischen Wert erreicht, und die Austenitumwandlung stoppt. Dieser kritische Wert wird durch den Schnittpunkt der beiden G_m -Kurven für die jeweilige Temperatur bestimmt, da über diesen Punkt hinaus eine Umwandlung thermodynamisch nicht mehr möglich ist, weil mit der Umwandlung von Austenit in (bainitischen) Ferrit kein Energiegewinn mehr verbunden ist bzw. Energie aufgebracht werden müsste [2, 4, 54, 74].

Der Austenit erreicht – anders als bei einer diffusiv ablaufenden Umwandlung – nicht die Gleichgewichtskonzentration an Kohlenstoff (= Schnittpunkt der A_3 -Linie mit der Isothermen für die betreffende Temperatur in Abbildung 2 unten). Daher wird die

Reaktion als unvollständig angesehen und in der englischsprachigen Fachliteratur auch als „*incomplete reaction phenomenon*“ bezeichnet [4, 54].

Im T_0 -Konzept wird allerdings eine eventuelle Verzerrungsenergie durch die Bainitbildung nicht berücksichtigt, die die G_m -Kurve für Ferrit nach oben (zu höheren Energien) und damit den Schnittpunkt der beiden G_m -Kurven zu einem niedrigeren Kohlenstoffgehalt verschieben würde. Daher stellt der T_0 -Wert für x_C^γ nur eine theoretische obere Grenze für den Kohlenstoffgehalt im Austenit dar.

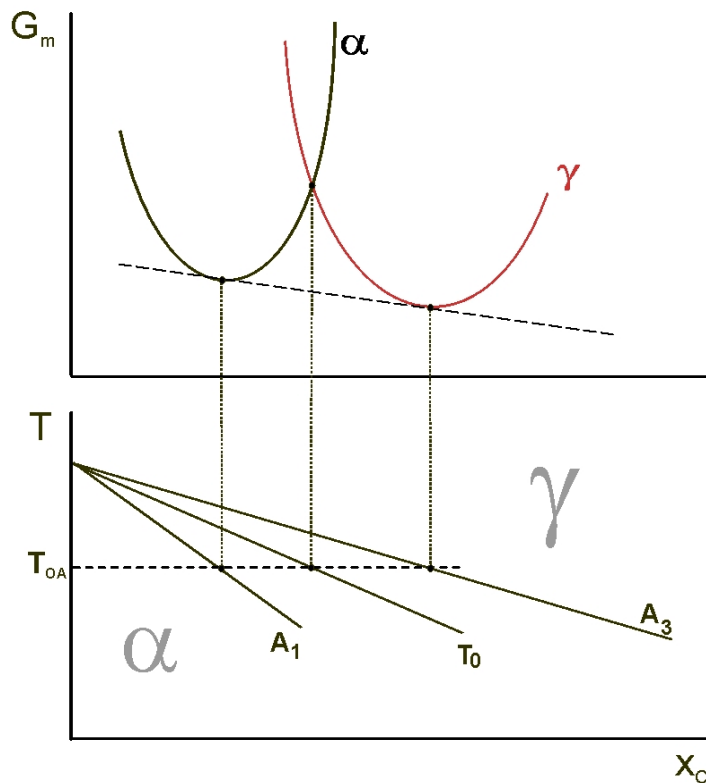


Abbildung 2. Schema zur Erläuterung des T_0 -Konzepts: „*incomplete reaction phenomenon*“
(T_{0A} = Overagingtemperatur)

Durch niedrigere Kühlraten wandelt während der Abkühlung von der interkritischen Glüh­temperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet auf die Haltetemperatur in der Bainitstufe mehr Austenit in Ferrit um, und dadurch wird der Kohlenstoffgehalt im Austenit erhöht, solange keine Karbide ausgeschieden werden. Ein erhöhter Kohlenstoffgehalt zu Beginn der Overagingbehandlung ($x_C^2 > x_C^1$; Abbildung 3.a)) führt zu einer geringeren Treibkraft für die Bainitbildung und damit auch zu einer Verringerung der Temperatur umwandelnden Austenitmenge ($\Delta G_m^2(x_C^2, T_1) < \Delta G_m^1(x_C^1, T_1)$ mit $(\Delta G_m^2(x_C^2, T_1) = G_m^\gamma(x_C^2, T_1) - G_m^\alpha(x_C^2, T_1)$ und $(\Delta G_m^1(x_C^1, T_1) = G_m^\gamma(x_C^1, T_1) - G_m^\alpha(x_C^1, T_1))$). Senkt man die isotherme Haltetemperatur (siehe punktierte Kurven in Abbildung 3.b)), wird die

Treibkraft für die Bainitbildung erhöht ($\Delta G_m(x_C^1, T_2) > \Delta G_m(x_C^1, T_1)$) mit ($\Delta G_m(x_C^1, T_2) = G_m^\gamma(x_C^1, T_2) - G_m^\alpha(x_C^1, T_2)$) und ($\Delta G_m(x_C^1, T_1) = G_m^\gamma(x_C^1, T_1) - G_m^\alpha(x_C^1, T_1)$), und damit auch die Menge an umwandelndem Austenit, da der verbleibende Austenit mehr Kohlenstoff aufnehmen kann.

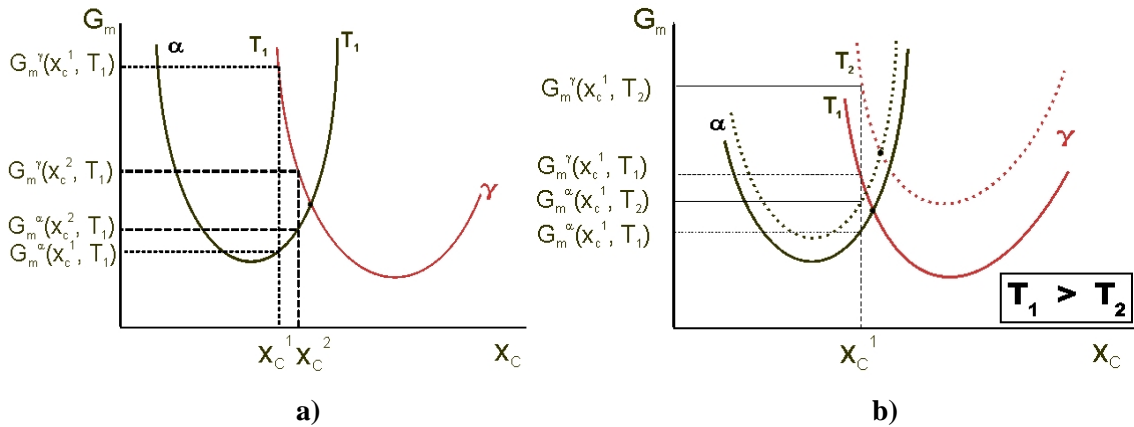


Abbildung 3. Schema zur Erläuterung des T_0 -Konzepts:

ΔG_m für a) unterschiedliche Kohlenstoffkonzentration x_C^1 und x_C^2

b) unterschiedliche Temperaturen T_1 und T_2

Weitere Größen, die auf die Stabilität des Austenits wesentlichen Einfluss haben, sind seine Korngröße und die ihn umgebende Mikrostruktur [3, 14, 15, 52, 74, 103 - 116].

Restaustenit kommt in niedrig legierten TRIP-Stählen in verschiedenen Morphologien vor. Im allgemeinen werden 3 Typen unterschieden: Der Inseltyp kommt in Form von sehr feinen Körnern (1-2 μm) intragranular in großen Ferritkörnern vor. Der Blocktyp, bei dem sich relativ große Austenitkörner zwischen Ferritkörnern – bevorzugt an den Tripelpunkten – befinden, weist Versetzungen und Stapelfehler auf, die die Martensitbildung erleichtern.

Im Fall des Filmtyps ($< 1 \mu\text{m}$), bei dem Austenit und Bainit in Schichten angeordnet sind, besitzt der Austenit keine innere Struktur und ist stabiler gegen eine Umwandlung. Je kleiner die Restaustenitkörner sind, umso stabiler sind sie gegen eine verformungsinduzierte Umwandlung. Einerseits wird dieser Effekt der besseren bzw. gleichmäßigeren Anreicherung (und dadurch Stabilisierung) mit Kohlenstoff zugeschrieben, andererseits weisen kleinere Körner weniger potentielle Keimstellen für die Martensitbildung auf [3, 14, 28, 78, 103]. Liegt der Restaustenit als Filmtyp vor, liefert er keinen oder nur einen sehr kleinen Beitrag zum TRIP-Effekt bzw. zur Verfestigung des Materials, da er durch den hohen Kohlenstoffgehalt und den hohen hydrostatischen Druck, dem er durch die Volumenexpansion bei der Bainitbildung unterworfen ist, stabilisiert wird [14, 15, 78].

Die Festigkeit der den Austenit umgebenden Matrix spielt ebenfalls eine Rolle im Zusammenhang mit der Stabilisierung des Restaustenits. Beispielsweise setzt bei nioblegierten TRIP-Stählen der durch Ausscheidungshärtung festere Ferrit der Volumenexpansion bei Martensitbildung einen stärkeren Widerstand entgegen, was die M_s -Temperatur senkt und den Restaustenit gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung stabilisiert [61]. Einen ähnlichen Effekt der Abschirmung des Restaustenits gegen eine von außen angreifende Last beschreiben *Jacques et al.* für Martensit bzw. (durch erhöhte Siliziumgehalte) mischkristallgehärteten Ferrit [103].

Bei mechanischer Belastung nimmt die Restaustenitstabilität mit steigender Temperatur zu [116, 117], da die chemische Treibkraft für die Martensitbildung mit steigender Temperatur abnimmt.

Für die Stabilität des Restaustenits gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung ist auch die kristallographische Orientierung des Austenitkorns relativ zu einer von außen angreifenden Last von Bedeutung. Daher wäre es von Vorteil, wenn es möglich wäre, eine für den TRIP-Effekt optimale Orientierung der Austenitkörner einzustellen [4, 118]. Wesentlich für die Restaustenitstabilität ist außerdem die Art der Belastung – Zug, Druck oder Scherung wirken sich unterschiedlich auf die verformungsinduzierte Umwandlung aus [119 - 122].

3 Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung

Ausschlaggebend für die Festigkeit bzw. die mechanischen Eigenschaften von TRIP-Stählen sind der Anteil und die Eigenschaften der unterschiedlichen Phasen. Dabei spielen vor allem die Morphologie, die Korngröße, die Härte und die relative Anordnung der Gefügebestandteile zueinander eine wichtige Rolle. Die Mikrostruktur eines niedriglegierten TRIP-Stahls setzt sich aus den Phasen Austenit, Ferrit und Bainit zusammen, außerdem kann das Gefüge Martensit und eventuell Karbide enthalten.

Sowohl die Phasenanteile als auch deren Eigenschaften können gezielt durch Variation des Legierungskonzeptes und Optimierung der Wärmebehandlung beeinflusst werden.

Im Folgenden sollen die verschiedenen Ansätze zur gezielten Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften skizziert und ein Überblick über einige bereits untersuchte Strategien zur Festigkeitssteigerung bei kaltgewalzten TRIP-Stählen gegeben werden. In erster Linie geht es hierbei um die Erhöhung der Zugfestigkeit bei gleichzeitig möglichst hoher Gleichmaß- und Bruchdehnung.

3.1 Mischkristallhärtung

Da der Ferrit im Gefüge bei der normalen TRIP-Wärmebehandlung (Glühung im interkritischen Bereich mit anschließendem isothermen Halten auf Overagingtemperatur) nicht vollständig durch festere Phasen ersetzt werden kann, spielt auch die Mischkristallhärtung eine nicht unwesentliche Rolle in der Auswahl der Legierungselemente.

Besonders effektiv als Mischkristallhärter sind Phosphor, Silizium und Mangan [26, 28, 30, 31, 123 - 125].

Phosphor bringt allerdings einige Nachteile wie eine starke Seigerungstendenz und Korngrenzenversprödung mit sich, die die Neigung zu sogenannten Sprödbrüchen erhöht [38]. Deshalb wird dieses Element kaum in TRIP-Legierungen eingesetzt, obwohl diese Problematik bei TRIP-Stählen noch nicht genauer untersucht bzw. die Sprödbruchneigung im Fall von niedriglegierten TRIP-Stählen nicht explizit beobachtet wurde. Es besteht die Vermutung, dass es nur in Kombination mit relativ hohen Kohlenstoffgehalten zur Korngrenzenversprödung kommt, und dieser Nachteil von Phosphor daher in TRIP-Stählen wegen des niedrigen Kohlenstoffgehalts keine Rolle spielt.

Andere Legierungselemente, die ebenfalls mischkristallhärtend wirken, sind Chrom und Molybdän – siehe auch Kapitel 5 „Effekte der Legierungselemente“.

Kupfer bringt als Mischkristallhärter etwa 50 MPa Zugfestigkeit pro zulegiertem Prozent, weist allerdings eine sehr geringe Löslichkeit im Ferrit auf: bei 850 °C lösen sich etwa 2 % Cu in Ferrit, bei Raumtemperatur ist die Löslichkeit vernachlässigbar gering [126]. Eine Festigkeitssteigerung durch Mischkristallhärtung des Ferrits kann daher nur durch starke Unterkühlung (Abschrecken) des Materials von hohen Temperaturen, bei denen noch ausreichend Kupfer im Ferrit gelöst ist, erzielt werden.

3.2 Erhöhung des Restaustenitanteils

Der Restaustenit im Gefüge eines TRIP-Kaltbandes ist nicht nur für den eigentlichen TRIP-Effekt der Verfestigung bei Kaltverformung essentiell, sondern erhöht durch seine Festigkeit auch die Zugfestigkeit des Materials.

Unter der Voraussetzung, dass der Restaustenit bei Raumtemperatur stabilisiert werden kann, aber trotzdem umwandlungsfreudig genug ist, um bei mechanischer Beanspruchung zu einer möglichst gleichmäßigen Verfestigung beizutragen, ist daher ein höherer Restaustenitanteil von Vorteil für die mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten TRIP-Stählen.

Eine Erhöhung des Restaustenitanteils kann vor allem durch austenitstabilisierende Legierungselemente erzielt werden – sie erhöhen den Austenitanteil, der während der Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet gebildet wird. Die wichtigsten dieser Austenitstabilisatoren werden in Kapitel 5 („Effekte der Legierungselemente“) beschrieben.

Der Restaustenitanteil bei Raumtemperatur kann aber auch indirekt durch die Stabilisierung des Austenits gegen thermische Martensitbildung während der Abkühlung auf Raumtemperatur erhöht werden – durch eine bessere Stabilisierung bleibt ein größerer Anteil des gebildeten Austenits auch nach der Abkühlung auf Raumtemperatur im Gefüge erhalten. Deshalb muss die Anreicherung des Austenits mit Kohlenstoff, wie weiter oben bereits erläutert, sowohl durch das Legierungskonzept als auch durch die gezielte TRIP-Wärmebehandlung begünstigt werden, wobei in diesem Zusammenhang auch die Unterdrückung der Karbidbildung eine wesentliche Rolle spielt, da die Ausscheidung von Karbiden den zur Stabilisierung des Restaustenits zur Verfügung stehenden Kohlenstoffanteil reduziert.

3.3 Mikrolegierung - Höhere Festigkeit durch Kornfeinung und Ausscheidungshärtung

Durch Zulegieren von kleinen Mengen verschiedener sogenannter Mikrolegierungselemente wie Niob, Titan oder Vanadium kann die Festigkeit von kaltgewalzten TRIP-Stählen erhöht werden.

Wenn sich die Legierungselemente in fester Lösung befinden, behindern sie als Fremdatome im Gitter alle Prozesse, die mit der Bewegung von Korngrenzen und Versetzungen zusammenhängen: Das sind Erholung, Rekristallisation und Kornwachstum, aber natürlich auch diffusiv ablaufende Phasenumwandlungen (Perlit-, Ferrit-, Bainitbildung). Da die genannten Elemente alle starke Karbid- und Nitridbildner sind, können sich feine, sehr harte Sonder- oder Mischkarbide bzw. Karbonitride ausscheiden. Diese behindern die Bewegung von Versetzungen, was wiederum zur Festigkeitssteigerung führt. Dabei spielen mehrere Effekte zusammen:

Die im Gefüge feinverteilten Partikel sorgen einerseits direkt durch die Ausscheidungshärtung für eine Erhöhung der Zugfestigkeit. Hierauf haben gemäß der Beziehungen nach Kelly-Fine und Orowan vor allem die Teilchengröße und der Dispersionsgrad bzw. die Menge (Anteil am Gesamtgefüge) der Teilchen Einfluss.

Teilchen geringer Größe, deren Phasengrenzen zur Matrix kohärenter oder teilkohärenter Natur sind, werden von Versetzungen bevorzugt gemäß dem Kelly-Fine-Mechanismus geschnitten, für grobe Teilchen ist hingegen das Umgehen nach dem Orowan-Mechanismus die energetisch günstigere Variante. Demnach ist der Härtungseffekt bei einem kritischen Radius am größten, der durch den Schnittpunkt der beiden Kurven für die Festigkeitssteigerung nach dem Orowan- bzw. dem Kelly-Fine-Mechanismus in Abbildung 4 gegeben ist.

Die Mikrolegierungselemente wirken kornfeinend. Die hierdurch erzielbare Erhöhung der Festigkeit lässt sich mit Hilfe der Hall-Petch-Beziehung quantitativ abschätzen.

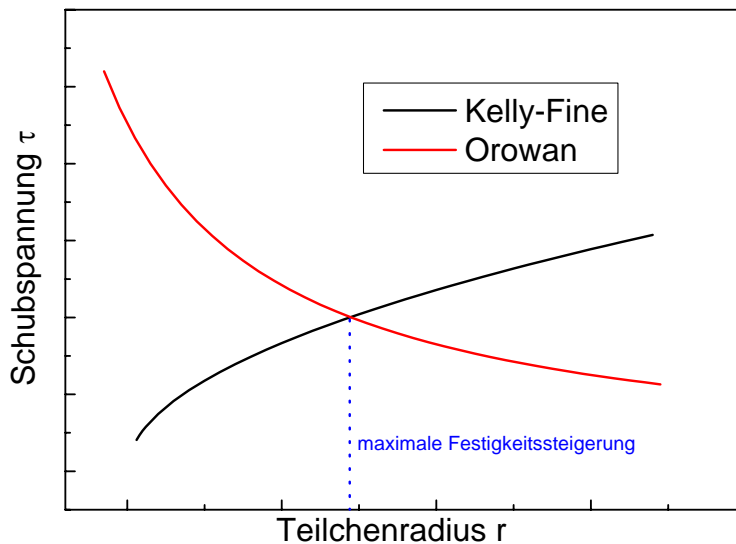


Abbildung 4. Schema zur Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungshärtung in Abhängigkeit von der Größe der Ausscheidungen

Bisher wurden vor allem die Effekte von Niob und Vanadium als Mikrolegierungselemente in TRIP-Stählen untersucht.

Bei nioblegierten Stählen ist unter anderem den Einfluss der Haspeltemperatur auf den Ausscheidungszustand des Mikrolegierungselementes zu beachten. Bei niedrigen Haspeltemperaturen (500 °C) bleibt das Niob entweder teilweise in Lösung oder scheidet sich in Form sehr feiner, nur schwer nachweisbarer Karbonitride aus. Wird das Warmband bei hohen Temperaturen (700 °C) gehaspelt, bilden sich grobkörnige Niob-Ausscheidungen und es wird ein geringerer Einfluss des Nb auf die mechanischen Eigenschaften als bei niedrigen Haspeltemperaturen beobachtet. Bei Anwendung mittlerer Haspeltemperaturen zwischen 600 und 650 °C kommt es zur Ausscheidung von feinen (Durchmesser im Bereich von ca. 20 nm) Nb(C,N)-Teilchen, die durch Festhalten der Korngrenzen („*particle pinning*“) sehr effizient zur Kornfeinung führen. Damit können bei mittleren Haspeltemperaturen die höchsten Festigkeitswerte erzielt werden [2, 61, 74].

Im ersten Schritt der TRIP-Wärmebehandlung wird das Kaltband im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet geglüht. Hier wirkt sich Niob verzögernd auf Rekristallisation und Zementitauflösung und kornfeinend auf die Mikrostruktur aus.

Zulegieren von Niob führen *Ohlert et al.* [61] zufolge zur Bildung eines höheren Austenitanteils während der interkritischen Glühung, der allerdings durch eine verstärkte Ferritbildung während der Zwischenkühlung (bedingt durch den niedrigen Kohlenstoffgehalt) kompensiert wird – nach der Kühlung weisen die Proben mit und ohne Niob etwa den gleichen Austenitanteil auf. *Traint et al.* [74] hingegen konnten keinen Einfluss auf die im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet gebildete Austenitmenge feststellen,

wobei hier wie oben erwähnt die Haspeltemperatur eine wesentliche Rolle spielen dürfte – *Ohlert* geht bei der verwendeten tiefen Haspeltemperatur von 500 °C davon aus, dass ein wesentlicher Anteil des Niobs in fester Lösung vorliegt, welcher die Austenitbildung während der interkritischen Glühung begünstigt, während *Traint* bei 600 °C gehaspeltes Material untersucht hat, bei dem zum Zeitpunkt der TRIP-Wärmebehandlung bereits das gesamte Niob ausgeschieden vorliegt und daher keinen Einfluss mehr auf die Austenitbildung hat.

Übereinstimmung herrscht dagegen bei der Annahme, dass die Feinkörnigkeit des nioblegierten Stahls die Bildung von voreutektoidem Ferrit während der Zwischenkühlung von der Glühtemperatur im $\alpha+\gamma$ - Zweiphasengebiet auf die Overagingtemperatur fördert. Dadurch wird der Austenit bereits in dieser Phase der Wärmebehandlung mit Kohlenstoff angereichert und stabilisiert. Diese Stabilisierung des Austenits führt *Ohlert* zufolge in Kombination mit der Blockierung der Keimstellen für die Bainit- bzw. Martensitbildung durch die sehr fein verteilten Niob-Karbonitride zu einer deutlichen Verzögerung der Bainitbildung während der Overagingbehandlung, sowie zu einer wesentlich niedrigeren Martensitstarttemperatur [61]. *Ohlert* geht hier nicht näher darauf ein, nach welchem Mechanismus diese Blockierung der Keimstellen erfolgt. Plausibel ist, dass sich an vorhandenen Keimstellen (Korngrenzen, Tripelpunkten, Stellen mit sehr hoher Versetzungsdichte, usw.) bevorzugt die Niob-Karbonitride ausscheiden und damit die Bedingungen für die Bildung von Keimen für eine eventuelle Martensit- oder Bainitbildung thermodynamisch ungünstiger machen.

Außerdem setzt der durch Ausscheidungshärtung festere Ferrit im nioblegierten TRIP-Stahl der verformungsinduzierten Martensitbildung (die mit einer Volumenexpansion und dadurch induzierten Scherspannungen verbunden wäre) einen stärkeren Widerstand entgegen, was die M_s -Temperatur zusätzlich senkt.

Die verfestigende Wirkung der geometrisch notwendigen Versetzungen wird durch das kleinere Verhältnis der Bainit- zur Ferritmenge reduziert. Da weniger Bainit im Gefüge vorhanden ist, sind weniger harte Teilchen in der Matrix verteilt. Dadurch wird auch die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen, die notwendig sind, um – zusätzlich zur Akkommodation der Volumenexpansion und Scherung durch eine Umwandlung von Austenit in Martensit – den Verformungsgradienten zwischen Matrix und harten Einschlüssen auszugleichen, reduziert. Dieser Effekt wird außerdem noch durch die höhere Festigkeit des Ferrits (bedingt durch die kornfeinende Wirkung des Niobs) verstärkt, da diese ebenfalls den Festigkeitsgradienten zwischen Matrix und harten Teilchen, und damit den Beitrag der geometrisch notwendigen Versetzungen verringert [74]. Die beschriebenen Auswirkungen des Niobs kompensieren sich so weitgehend, dass das Verfestigungsverhalten insgesamt kaum verändert wird [61, 74].

Das Zulegieren von **Niob** zu Si-TRIP-Stählen bringt mit etwa 15 MPa pro 0.01 % Niobanteil eine deutlich geringere Festigkeitssteigerung als nach den konventionellen Mechanismen (vor allem Kornfeinung) zu erwarten wäre [2, 74].

Die beispielsweise von *Scott et al.* untersuchten Si-TRIP-Stähle mit 0.06 bis 0.15 % **Vanadium** weisen um 100 bis 250 MPa höhere Festigkeiten auf als das sonst gleiche Material ohne Mikrolegierungszusatz [127]. *Scott et al.* richten in dieser Publikation aus 2004 das Hauptaugenmerk auf die Ausscheidungshärtung: Um eine möglichst effiziente Ausscheidungshärtung zu erzielen, muss die Ausscheidung möglichst ausschließlich im Ferrit erfolgen, und eine möglichst große Anzahl an Teilchen sollte homogen verteilt sein. Ein negativer Einfluss auf die Stabilität oder Menge des gebildeten Restaustenits sollte ausgeschlossen werden können.

Eine hoher Übersättigungsgrad und damit eine sehr große Treibkraft für die Bildung der Karbonitride, also eine Ausscheidung während oder nach einer schnellen Kühlung sind erforderlich, um eine große Anzahl von Partikeln homogen verteilt auszuscheiden. Möglichst niedrige Temperaturen während der gesamten Wärmebehandlung führen dazu, dass nahezu ausschließlich im Ferrit sehr viele Teilchen ausgeschieden werden. Um negative Auswirkungen auf die Restaustenitstabilität zu vermeiden, sollten besser Nitride oder Karbonitride für die Ausscheidungshärtung genutzt werden als reine Karbide, da die Karbidbildung den für die Stabilisierung des Restaustenits verfügbaren Kohlenstoff verringert. Das Mikrolegierungselement, das diese Bedingungen am besten erfüllt, ist Vanadium. Sowohl das Karbid als auch das Nitrid sind in Austenit und Ferrit sehr gut löslich. Da die Bildungskinetik von V(C,N) in Austenit sehr langsam ist, erfolgt bei einer für die TRIP-Wärmebehandlung typischen schnellen Kühlung die Ausscheidung nahezu vollständig im Ferrit. Von Vorteil ist auch ein hoher Stickstoffgehalt, da dieser die Treibkraft zur Ausscheidung von Nitriden bzw. Karbonitriden erhöht und so mehr Kohlenstoff für die Stabilisierung des Restaustenits zur Verfügung steht, als wenn sich reine Karbide bilden würden.

In diesem Zusammenhang ist besonders auf die Unterscheidung von silizium- und aluminiumbasierten TRIP-Legierungen hinzuweisen: In aluminiumlegierten TRIP-Stählen ist aufgrund der sehr großen Stabilität von Al-Nitrid davon auszugehen, dass so gut wie kein Stickstoff für die Bildung von Nitriden mit Mikrolegierungselementen zur Verfügung steht.

Zulegieren von 0.1 % Vanadium und 0.007 % N bringt einen Festigkeitszuwachs von ca. 60 – 100 MPa (je nach Wärmebehandlung) bei etwa gleichbleibender Dehnung. Durch Legieren mit 0.2 % V und 0.014 % N wurde eine Steigerung der Zugfestigkeit um 214 MPa erzielt, allerdings mit drastischen Einbußen bei der Dehnung (Bruchdehnung

nur mehr bei etwa 16 %). Auffallend ist die Tatsache, dass die mikrolegierten Varianten sensibler auf eine Erhöhung der interkritischen Glüh­temperatur reagieren: Mit steigender Haltetemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet verringert sich die Festigkeit, während die Dehnung zunimmt. Anhand der Analyse der Mikrostruktur lässt sich feststellen, dass Vanadium die Phasenanteile im Gefüge nur geringfügig verändert – sowohl im TRIP-Stahl ohne Mikrolegierung als auch in der mit Vanadium mikrolegierten Variante wurden ähnliche Mengen an Austenit, Ferrit, Bainit und wenig Perlit gefunden. Das Auftreten einer etwas größeren Perlitmenge bei gleichzeitig geringfügig niedrigerem Austenitgehalt im mikrolegierten Stahl wird von den Autoren als Hinweis darauf gewertet, dass die Kühlrate von 7 K/s zu langsam für die Ausbildung eines optimalen TRIP-Gefüges war. Da der Austenit in beiden Stählen gleich viel Kohlenstoff enthält, hat Vanadium, auch keinen Einfluss auf die Restaustenitstabilität [127].

Die einzigen beiden Effekte, die Vanadium auf die Mikrostruktur und damit auf die mechanischen Eigenschaften des Kaltbandes hat, sind die Ferrit-Kornfeinung und die Ausscheidungshärtung [127, 128].

Bei der Ausscheidung von Titan- und Vanadiumkarbiden bzw. -nitriden im Warmband spielt offenbar auch die Titan-Konzentration im Gefüge eine Rolle: Die bereits bei sehr hohen Temperaturen gebildeten Titan­nitrid-Teilchen fungieren als Keimbildungsstellen für die Ausscheidung von Vanadium. Daher wäre ein möglichst geringer Ti-Gehalt von Vorteil, da dann noch weniger Vanadium im Warmband ausgeschieden und somit für die Ausscheidung im Ferrit zur Verfügung stehen würde. Untersuchungen des Gefügestandes zu verschiedenen Zeitpunkten der Herstellung haben gezeigt, dass die im Warmband im Ferrit gebildeten Ausscheidungen bei der interkritischen Glühung vollständig aufgelöst werden und sich neue Karbonitride bilden [127]. Dabei enthält der Ferrit wesentlich mehr Ausscheidungen und diese Ausscheidungen im Ferrit sind deutlich größer als jene im Austenit oder Bainit. Während die Ausscheidungen im Austenit und Bainit während der interkritischen Glühbehandlung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet nicht mehr wachsen, und sich hier auch keine neuen Ausscheidungen mehr bilden, finden im Gegensatz dazu im Ferrit sowohl Neubildung als auch Kornvergrößerung statt.

Um die Ausscheidungshärtung durch Vanadium zu optimieren, sollten die interkritische Glüh­temperatur bzw. -zeit möglichst niedrig bzw. kurz gehalten werden. Eine hohe Haltetemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet bedeutet einen höheren Austenitanteil, was wiederum zu weniger Ausscheidungen führt. Außerdem ist die Gefahr der Kornvergrößerung der Karbonitride im Ferrit bei höheren Temperaturen größer. Allerdings muss die interkritische Glüh­temperatur hoch genug gewählt werden, um ausreichend Austenit für das gewünschte TRIP-Gefüge zu bilden – hier müssen die

Parameter für die interkritische Glühbehandlung hinsichtlich Haltetemperatur und -dauer optimiert werden.

Vanadium kann eingesetzt werden, um eine Festigkeitssteigerung um bis zu 200-250 MPa bei TRIP-Stählen zu erreichen. Bei gleichzeitiger Reduktion des Siliziumgehalts kann allerdings ein insgesamt wesentlich höheres Festigkeitsniveau nicht alleine durch Mikrolegierung erzielt werden.

Bisher wurden vorwiegend die Auswirkungen von Vanadiumzugaben zu Silizium-TRIP-Stählen untersucht – weniger bekannt sind die Wechselwirkungen zwischen Vanadium und Aluminium in aluminiumlegierten TRIP-Stählen. Wie bereits oben erwähnt, steht aufgrund der sehr hohen Stabilität der Aluminiumnitride in Al-TRIP-Stählen der Stickstoff höchstens in sehr begrenztem Ausmaß für die Bildung der härtend wirkenden Vanadiumnitride zur Verfügung. Auf die Frage der optimalen Mengenverhältnisse von Aluminium, Stickstoff und Vanadium wird in den zitierten Veröffentlichungen nicht näher eingegangen.

3.4 TRIP-Stähle mit alternativen Matrixvarianten

Ein relativ neuer Ansatz in der Herstellung von TRIP-Stählen geht nicht von einer Glühung im Zweiphasengebiet, sondern von einer vollständigen Austenitisierung und anschließender Overagingbehandlung aus [16, 129, 130], Abbildung 5.a). Dadurch liegt kein polygonaler Ferrit im Gefüge mehr vor, sondern nur mehr Bainit und Austenit, der Stahl wird als bainitisch-ferritisch („BF“) bezeichnet. Das hat den Vorteil, dass die homogene, feine Lattenstruktur des Bainits besonders gute Biege- und Kant-Eigenschaften aufweist.

In den dünnen Austenitschichten zwischen den Latten der bainitisch-ferritischen Matrix ist die mittlere freie Diffusionsweglänge kleiner, daher kann der Restaustenit im BF-Stahl leichter mit Kohlenstoff angereichert und stabilisiert werden als in konventionellen TRIP-Stählen, in denen dieser Diffusionsweg für den Kohlenstoff größer ist. BF-Stähle weisen sehr hohe Festigkeiten und ausgezeichnete Umformeigenschaften (Tiefzieh-, Kant- und Biegeverformungen) auf, allerdings sind die Dehnungswerte im Vergleich mit konventionellen (PF-) und AM-TRIP-Stählen (s. unten) am niedrigsten, was auf die geringe Kaltverfestigung aufgrund der festen Matrix mit hoher Versetzungsdichte zurückgeführt wird [16, 129, 130].

In einer anderen Veröffentlichung stellen *Sugimoto et al.* das „annealed martensite matrix“-Konzept vor – im sogenannten AM-Stahl wird die (bainitisch-)ferritische Matrix des BF-Stahls durch interkritisch geglühten Martensit ersetzt. Während dieser Glühung

im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet bildet sich kein neuer polygonaler Ferrit, sondern es kommt lediglich zu einer Erholung bzw. einem Ausheilen von Versetzungen, ähnlich wie bei einer Glühung unterhalb der A_1 -Temperatur. Die Wärmebehandlung ist in Abbildung 5.c) schematisch dargestellt. Gegenüber den BF-Stählen weist der AM-Typ daher eine weichere Matrix mit geringerer Versetzungsdichte auf, was sich durch die verbesserte Verfestigungsrate während der Kaltverformung positiv auf die Dehnungswerte auswirkt. Der Restaustenit im „*annealed martensite*“-Stahl weist eine sehr hohe Stabilität gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung auf. Diese ist zum Großteil durch den hohen Kohlenstoffgehalt im Austenit und die feine Lattenstruktur bedingt.

Zusätzlich spielt für die Stabilisierung des Austenits aber auch noch das Festigkeits-Verhältnis zwischen Matrix und zweiter Phase eine wichtige Rolle: Im Fall des AM-Stahls ist die Festigkeitsdifferenz geringer und daher speziell für Biegeverformungen wesentlich günstiger als beispielsweise beim BF- oder auch im konventionellen Multiphasen-TRIP-Stahl. Der AM-Stahl zeichnet sich durch die hervorragende Balance von hoher Zugfestigkeit, guter Dehnung und ausgezeichneten Tiefzieh- und Biegeeigenschaften aus [129, 131, 132].

Ähnlich dem AM-Stahl enthält die aus dem vor kurzem von *Speer et al.* [133, 134] entwickelten „*quenching and partitioning*“ (Q&P)-Prozess resultierende Mikrostruktur angelassenen Martensit und stark kohlenstoffangereicherten Austenit, sowie je nach Prozessführung eventuell auch noch unterschiedlich viel karbidfreien Bainit und polygonalen Ferrit (siehe Abbildung 5.b)). Durch die Glühbehandlung vor dem Abschrecken wird entweder ein voll austenitisches oder ein nur teilweise austenitisiertes Gefüge eingestellt, nach dem Abschrecken auf die Temperatur „QT“ wird die Probe für die Kohlenstoffumverteilung entweder auf der gleichen Temperatur gehalten (QT = PT; „*1-step partitioning*“) oder wieder etwas erwärmt (QT \neq PT; „*2-step partitioning*“).

Die Vermeidung der Karbidausscheidung spielt beim „*partitioning*“, also der Umverteilung des Kohlenstoffs vom Martensit in den Austenit, eine besonders wichtige Rolle, daher sind karbidhemmende Legierungselemente wie Silizium, Aluminium und Phosphor unverzichtbar.

Durch Q&P kann im Vergleich zu konventionell hergestellten TRIP-Stählen vor allem die Festigkeit erhöht werden. Geht man von einer voll austenitischen Mikrostruktur vor der Q&P-Behandlung aus, enthält das Gefüge relativ große Mengen an kohlenstoffreichem, während des abschließenden Abschreckens auf Raumtemperatur entstandenen Martensit, da während des „*partitioning*“ der Austenit nicht ausreichend weit stabilisiert werden kann, und das Material weist eine niedrige Dehnung auf. Bessere Dehnungswerte können erzielt werden, indem man von einer nur teilweise austenitisierten Mikrostruktur ausgeht, die auch polygonalen Ferrit enthält.

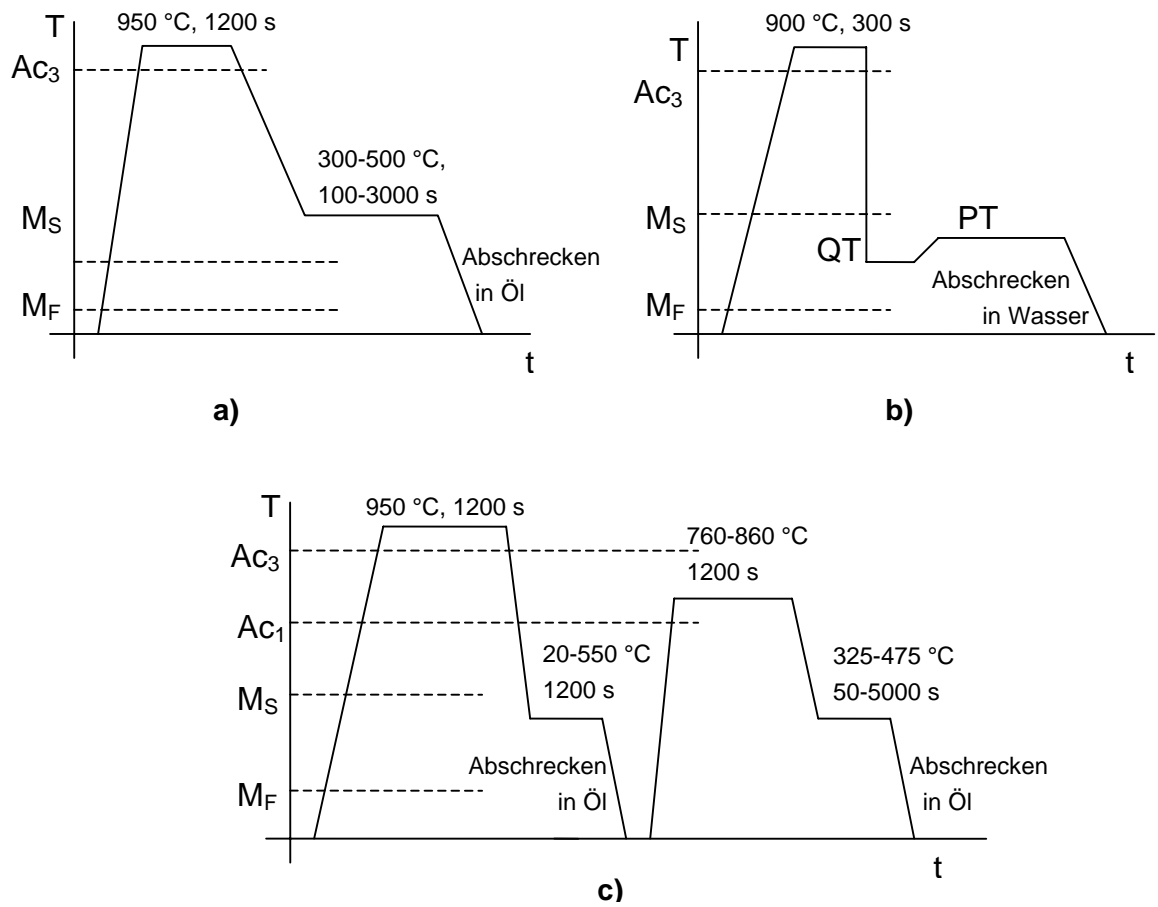


Abbildung 5. Schematische Darstellung der Wärmebehandlungen für
a) BF-Stahl
b) Q&P-Prozess (QT = Abschrecktemperatur, PT = „partitioning“-Temperatur)
c) AM-Stahl

4 Erhöhung des Bainitanteils

In einer groben Näherung kann die Festigkeit σ eines Stahls mit Hilfe der folgenden Mischungsregel beschrieben werden:

$$\sigma = \sigma_{\alpha} \cdot V_{\alpha} + \sigma_{\gamma} \cdot V_{\gamma} + \sigma_B \cdot V_B + \sigma_M \cdot V_M$$

mit V Volumenanteil und den Indizes α Ferrit

γ Austenit

B Bainit

M Martensit

Die in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen Ansätze zur Festigkeitssteigerung lassen sich also im wesentlichen den folgenden Variablen der Mischungsregel zuordnen:

Tabelle 1. Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung – in der Fachliteratur publizierte Konzepte (fettgedruckt: wesentlicher Einfluss)

Konzept	beeinflusste Größe
Mischkristallhärtung	σ_{α} (σ_{γ})
Mikrolegierung	
Erhöhung des Restaustenitanteils	V_{γ}
BF - „bainitic ferrite“	$\sigma_B \cdot V_B$ (+ $\sigma_{\gamma} \cdot V_{\gamma}$ + $\sigma_M \cdot V_M$)
AM - „annealed martensite“	$\sigma_{\gamma} \cdot V_{\gamma}$ (+ $\sigma_B \cdot V_B$ + $\sigma_M \cdot V_M$)
Q&P – „quenching and partitioning“	$\sigma_M \cdot V_M$ + $\sigma_{\gamma} \cdot V_{\gamma}$ (+ $\sigma_B \cdot V_B$)

Beim Vergleich der in der Fachliteratur veröffentlichten Konzepte zur Festigkeitssteigerung bei niedrig legierten TRIP-Stählen mit der Mischungsregel fällt auf, dass bisher noch nicht explizit versucht wurde, die Festigkeit von kaltgewalzten TRIP-Stählen über eine gezielte Erhöhung des Bainitanteils zu steigern.

Um einen größeren Bainitanteil im Gefüge zu erhalten, können bestimmte Legierungselemente eingesetzt werden. Eine Möglichkeit besteht darin, die Ferritbildung während der interkritischen Glühung bzw. die voreutektoide Ferritbildung während der Zwischenkühlung von der Glühtemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet auf die Overagingtemperatur zu unterdrücken: Die Elemente Nickel, Kohlenstoff, Kupfer und Mangan, die das Austenitgebiet im Phasendiagramm erweitern, führen zu mehr

interkritisch gebildetem Austenit mit geringerem Kohlenstoffgehalt. Daher kann während der Overagingbehandlung ein größerer Anteil des Austenits in Bainit umwandeln.

Wesentlich ist auch der Einfluss auf die während der Zwischenkühlung stattfindende voreutektoide Ferritbildung: Hier sollte vor allem durch den gezielten Einsatz von Molybdän, Nickel, Chrom und Mangan die Umwandlung weitgehend unterdrückt werden können, wodurch während des isothermen Haltens in der Bainitzone ebenfalls ein größerer Prozentsatz des nach der interkritischen Glühung im Gefüge vorhandenen Austenits in Bainit umwandeln kann.

5 Effekte der Legierungselemente

Die komplexen Effekte verschiedener Legierungselementen auf die Umwandlungsvorgänge in TRIP-Stählen sind noch nicht alle ausreichend aufgeklärt. Im Folgenden werden einige der bisher veröffentlichten Forschungsergebnisse und die Bedeutung der einzelnen Elemente im Zusammenhang mit der gezielten Beeinflussung der Festigkeit bzw. der Erhöhung des Bainitanteils im Gefüge zusammengefasst.

5.1.1 Kohlenstoff

Kohlenstoff begünstigt die Existenz des kubisch-flächenzentrierten Austenits.

Durch interstitielle Atome bzw. die daraus resultierende starke Gitterverzerrung wird die Martensitbildung noch wesentlich stärker verzögert als die Ferritbildung. Daher ist auch die Stabilisierung des Austenits gegenüber der Martensitumwandlung durch Kohlenstoff besonders wirksam.

Das einzige Element, das annähernd großen Einfluss auf diese Umwandlungsvorgänge hat wie Kohlenstoff, ist Stickstoff. Da Stickstoff allerdings von unlegierten Stählen im flüssigen Zustand und bei normalem Druck nur in sehr geringem Ausmaß aufgenommen werden kann, ist sein Einsatz als Legierungselement stark eingeschränkt [2, 33].

Mit steigendem Kohlenstoffgehalt sinkt die Martensitstarttemperatur. Zusätzlich steigt parallel dazu die Härte des entstehenden Martensits.

Diese Faktoren treten allerdings bei TRIP-Stählen in den Hintergrund: Am wesentlichsten ist die Wirkung des Kohlenstoffs auf die Stabilisierung des Restaustenits. Ein höherer Kohlenstoffgehalt führt im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet zur Bildung von mehr Austenit. Dadurch kann während der Zwischenkühlung bzw. der Overagingbehandlung mehr Bainit gebildet, und somit auch eine höhere Kohlenstoffanreicherung im Austenit erzielt werden [8, 34].

Der Einsatz von Kohlenstoff als Legierungselement in TRIP-Stählen ist dennoch beschränkt: einerseits durch seine negative Wirkung vor allem auf die Schweißbarkeit, und andererseits auch durch die mit steigendem Kohlenstoffgehalt zunehmende Gefahr der Karbidausscheidung [2]. Daher werden in konventionellen TRIP-Legierungen selten mehr als 0.2 Gew.% Kohlenstoff zulegiert [2, 8, 10, 35].

5.1.2 Silizium & Mangan

Silizium erweitert das Ferritgebiet im Fe-C-Phasendiagramm und wirkt außerdem mischkristallhärtend.

Die wesentliche Eigenschaft bzw. der Hauptgrund, warum Silizium trotz seiner Nachteile (siehe Kapitel 2.1 „Konventionelle Legierungskonzepte für kaltgewalzte TRIP-Stähle“) immer noch als Legierungselement für TRIP-Stähle verwendet wird, ist seine Wirksamkeit in der Unterdrückung der Karbidbildung: Diese Wirkung von Silizium wird in der Literatur [5, 6, 16 – 22, 31] darauf zurückgeführt, dass Silizium im Zementit sehr schlecht löslich ist, und daher erst von der Umwandlungsfront weg diffundieren muss, bevor sich überhaupt Karbidteilchen ausscheiden können, was zu einer sehr starken Verzögerung der Karbidbildung führt. Ein eindeutiger Nachweis für diesen Mechanismus wurde allerdings noch nicht erbracht.

Mangan ist nach Kohlenstoff das zweitwichtigste Element zur Stabilisierung von Restaustenit [2, 38]. Durch die Erweiterung des Austenitgebietes im Fe-C-Phasendiagramm wird auch die Menge des interkritisch gebildeten Austenits erhöht, was dazu führt, dass während der weiteren Wärmebehandlung (Abkühlung und Overaging) mehr Bainit gebildet werden kann [38, 39].

Mangan wirkt stark umwandlungsverzögernd. Während die Verzögerung der Perlitbildung erwünscht ist, da die Bildung von Perlit auf Kosten der Restaustenitstabilität gehen würde, ist die ebenfalls langsamere Bainitbildung eher ein Nachteil für die Ausbildung des TRIP-Gefüges [38 - 40].

Da Mangan im Zementit Fe-Gitterplätze einnimmt, kann es zu einer beträchtlichen Anreicherung von Mn im Fe_3C kommen (bis zu 20 %). Im gebildeten Mischkarbid $(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{C}$ ist der Mangananteil umso größer, je geringer der Gesamt-Kohlenstoffgehalt des Stahls ist. Die Unterschiede in der Anreicherung des Mangans im Karbid erklären sich aus der größeren Karbidmenge und der damit in verstärktem Maße eintretenden Verarmung des α -Mischkristalls an Mangan, die umso stärker sein muss, je mehr Karbid vorhanden ist, d.h. je höher der Kohlenstoffgehalt des Stahles ist. Maßgebend für den Mangangehalt des Karbids ist demnach nicht der Mangangehalt des Stahles, sondern die Gleichgewichtsrelation vom Mangangehalt des Mischkristalls zur vorhandenen

Karbidmenge. Die Anreicherung des Mangans im Eisenkarbid beobachtet man nur nach ausreichend langen Haltezeiten und bei genügend hohen Temperaturen in der Nähe der A_1 -Temperatur, bei denen ein Konzentrationsausgleich stattgefunden hat [38].

Diese Mangananreicherung im Zementit und die austenitstabilisierende Wirkung von Mangan wurde von *L. Laquerbe et al.* in einem speziellen Herstellungsprozess für einen siliziumfreien TRIP-Stahl genutzt: Zwischen dem Warmwalzen und dem Kaltwalzen wurde ein sogenanntes „*soft annealing*“ bei Temperaturen zwischen 400 und 700 °C durchgeführt, um grobe Karbidausscheidungen mit starker Mangananreicherung zu erhalten, die in weiterer Folge bei der Wärmebehandlung nach dem Kaltwalzen zur Bildung von manganreichem Austenit führen, der dadurch bis auf Raumtemperatur stabilisiert werden kann und den gewünschten TRIP-Effekt aufweist [41].

5.1.3 Aluminium

Das vielversprechendste Element zur teilweisen bzw. vollständigen Substitution von Silizium in TRIP-Stählen ist Aluminium. Zahlreiche Publikationen beschäftigen sich mit diesem Thema [29, 31, 36, 42 - 53].

Ähnlich wie Silizium wirkt Aluminium verzögernd auf die Ausscheidung von Karbiden, da es in diesen nur sehr schlecht löslich ist. Daher muss es erst von der Umwandlungsfront weg diffundieren, bevor sich Karbide ausscheiden können. Allerdings ergibt sich bei der vollständigen Substitution des Siliziumanteils durch Aluminium trotz der effektiven Unterdrückung der Karbidbildung ein klarer Nachteil: Es wird eine deutlich niedrigere Zugfestigkeit erzielt. Dieser Effekt lässt sich damit erklären, dass Aluminium als Mischkristallhärter sehr viel weniger wirksam ist als Silizium.

Aluminium verschiebt durch die Stabilisierung des Ferrits den gemäß dem T_0 -Konzept durch eine diffusionslose Umwandlung maximal erreichbaren Kohlenstoffgehalt im Austenit zu höheren Werten – beim isothermen Halten in der Overagingzone kann mehr Bainit gebildet werden bzw. eine höhere Kohlenstoffanreicherung des Austenits erreicht werden. Der resultierende Restaustenit weist eine größere Stabilität gegen die verformungsinduzierte Umwandlung auf. Allerdings besteht die Vermutung, dass diese extreme Stabilisierung bei zu hohen Aluminiumgehalten dazu führen könnte, dass der Restaustenit auch bei mechanischer Belastung nicht mehr in ausreichendem Ausmaß umwandelt und so nicht mehr zum TRIP-Effekt beiträgt [4, 27].

5.1.4 Molybdän & Niob

Molybdän erweitert das Ferritgebiet im Eisen-Kohlenstoffdiagramm und wirkt durch Ferrit-Mischkristallbildung festigkeitssteigernd [54 - 56]. Die voreutektoide Ferrit- und Perlitbildung wird durch zulegiertes Molybdän sehr stark verzögert, wobei nach

Literaturangaben gleichzeitig die Bainitbildung beschleunigt wird. Dadurch kann der Austenit besser durch Kohlenstoffanreicherung stabilisiert werden. Außerdem führt der höhere Bainitanteil im resultierenden Gefüge seinerseits ebenfalls zu einer Festigkeitssteigerung des Materials.

Nach *Houdremont* zeigt Ferrit in molybdänlegierten Stählen eine geringe Kohlenstofflöslichkeit – ein weiterer Faktor, der durch die dadurch bedingte vermehrte Anreicherung von Kohlenstoff im Austenit zu dessen Stabilisierung beitragen sollte [38]. Zusätzlich verzögert Molybdän nach Literaturangaben die Ausscheidung von Nb(C,N), was sich positiv auf das Potential von gelöstem Nb als Austenit-Stabilisator auswirkt [59 - 62].

Niob als Mikrolegierungselement hat in TRIP-Stählen zwei unterschiedliche Wirkungsweisen: Niob kann als Austenit-Stabilisator fungieren, wenn es in fester Lösung vorliegt. Dieser Effekt wird darauf zurückgeführt, dass sich Niob an den Austenitkorn Grenzen anreichert und durch das Blockieren der Keimstellen für die Ferrit- bzw. Bainitbildung diese unterdrückt. Durch die so verzögerte Bainitbildung bleibt einerseits mehr Austenit im Gefüge erhalten, andererseits ist dieser durch die geringere Kohlenstoffanreicherung weniger stabil gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung [2, 60, 63 - 68]. In den meisten Fällen von niedriglegierten TRIP-Stählen ist Niob zum Großteil als sehr feinkörniges (wenige Nanometer großes) Karbid im Gefüge ausgeschieden. Als solches wirkt es durch Festhalten der Korngrenzen („*particle pinning*“) stark kornfeinend [69 - 74]. Durch die Feinkörnigkeit des Gefüges wird die Bildung von voreutektoidem Ferrit, und damit auch die Anreicherung des Austenits mit Kohlenstoff, gefördert. Dadurch verringert Niob auch indirekt das Ausmaß der Bainitbildung [59, 60, 64, 71, 73 - 76]. Zusätzlich tragen die sehr harten Karbid-Teilchen durch Ausscheidungs-härtung zu höheren Festigkeitswerten bei.

Das Ausmaß der in der Literatur beschriebenen Festigkeitssteigerung durch Niob beträgt etwa 15 MPa pro 0.01 % Nb oder auch etwas weniger [59, 69, 71 - 74].

5.1.5 Nickel & Kupfer

Nickel erweitert im Fe-C-Phasendiagramm das Austenitgebiet. Durch Nickel wird der Beginn der Perlitbildung zu niedrigeren Kohlenstoffgehalten und Temperaturen verschoben, was in der TRIP-Herstellung als Nachteil anzusehen ist, da die Perlitbildung auf Kosten der Bainitbildung geht und die zur Stabilisierung des Restaustenits verfügbare Kohlenstoffmenge reduziert.

Nickel wird auch zur Vermeidung der Warmrissbildung durch Kupfer in TRIP-Stählen eingesetzt [38, 77 - 80].

Kupfer erweitert im Eisen-Kohlenstoff-Diagramm ebenfalls das Austenitgebiet. Da Kupfer im Zementit bzw. Karbiden schwer löslich ist, verzögert es die Ausscheidung von Karbiden [38, 54, 77 - 84].

Durch die Bildung der kubisch-flächenzentrierten ϵ -Phase kann Kupfer außerdem zur Ausscheidungshärtung [77, 79, 85 - 88] beitragen. Zu berücksichtigen ist jedoch, dass die zitierten Veröffentlichungen nahezu alle darin übereinstimmen, dass eine deutliche Festigkeitssteigerung durch die Ausscheidung von ϵ -Cu-Partikeln erst ab Kupfergehalten über 0.8 % bzw. bei relativ hohen Temperaturen (min. 450 – 550 °C) und sehr langen Alterungszeiten (mehrere Stunden) zu beobachten ist. Allerdings handelt es sich bei den untersuchten Legierungen durchwegs nicht um TRIP-Stähle, sondern um verschiedene andere Güten (v.a. rostfreie Stähle und modellhafte Cu-Fe-Legierungen mit hohen Kupfer-Gehalten).

Llewellyn et al. [79] verweisen auf eine Arbeit von E.G. Hamburg und A.D. Wilson, in der von Festigkeitssteigerungen (nach Alterung bei ca. 450 °C) um 220 bis 250 MPa bei Zugabe von 1.6 bzw. 1.1 % Cu zu einem niedrig legierten, hochfesten Stahl berichtet wird. Definitiv auch für die Festigkeitssteigerung bei TRIP-Stählen nutzbar sind jedoch die Mischkristallhärtung durch Kupfer [31, 38, 77, 79] und die kornfeinende Wirkung von gelöstem Kupfer [89].

Eindeutige Nachteile von Kupfer als Legierungselement in TRIP-Stählen sind laut Literaturangaben vor allem die Verzögerung der Rekristallisation und die Absenkung der A_1 - und A_3 - Temperaturen. Die langsamere Rekristallisation muss durch höhere interkritische Glühtemperaturen kompensiert werden. Dadurch wird interkritisch sehr viel Austenit mit niedrigem Kohlenstoffgehalt und geringer Stabilität gebildet und es kann bereits während der Zwischenkühlung von der Glüh Temperatur im $\alpha+\gamma$ - Zweiphasengebiet auf die Overagingtemperatur zur Bildung von vorbainitischem Martensit kommen [38, 78, 89]. Die in TRIP - Legierungen mit Kupfer beobachteten höheren Werte für die Streckgrenze und die niedrigeren Gleichmaß- und Bruchdehnungen könnten durch diese vorbainitische Martensitbildung erklärt werden [38, 78].

Der Problematik der Warmrissbildung kann wie oben erwähnt durch Zugabe von Nickel wirksam entgegen gewirkt werden [38, 77 - 80].

5.1.6 Chrom

Chrom erweitert das α -Gebiet im Fe-C-Phasendiagramm. Allerdings wird durch Zulegieren von Chrom die Umwandlung sowohl in der Perlit- als auch in der Bainitstufe verzögert [38]. Die Unterdrückung der Perlitbildung ist im Fall von TRIP-Stählen als positiv zu bewerten, da hier eine solche aus oben angeführten Gründen nicht erwünscht

ist. Negativ wirkt sich jedoch die verlangsamte Bainitbildung aus, da dadurch auch die Kohlenstoffanreicherung des Austenits behindert wird.

Ein weiterer Nachteil ist die hohe Neigung zur Ausscheidung von Karbiden und Nitriden bzw. Karbonitriden – Chrom ist ein starker Karbid- und Nitridbildner [36, 54, 77, 90 - 92].

6 Experimentelles

6.1 Herstellung des Probenmaterials

Zur Herstellung der Proben wurde die sogenannte Implanttechnik verwendet. Zur Untersuchung der Wirkungsweisen von verschiedenen Elementen wurde eine Basis-Legierungszusammensetzung herangezogen und ausgehend von dieser 11 Varianten produziert. Nach der Festlegung der Legierungskonzepte wurden jeweils ca. 130 kg der jeweiligen Zusammensetzung (siehe Tabelle 2) im Mittelfrequenzofen im Anwendungstechnikum der voestalpine Stahl hergestellt. Die Schmelzen wurden in Kokillen abgegossen.

Tabelle 2. Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelzen (gerundet, in Massenprozent)

Legierung	C	Si+Al	Mn	Mo	Nb	Ni	Cu	Cr
Basis	0.2	1.5	1.8	--	--	--	--	--
Mo-1	0.2	1.5	1.8	0.2 – 0.5	--	--	--	--
Mo-2	0.2	1.5	1.8	0.4 – 1.0	--	--	--	--
Mo+Nb	0.2	1.5	1.8	0.4 – 1.0	0.02	--	--	--
Ni-1	0.2	1.5	1.8	--	--	0.4 – 0.7	--	--
NiCu	0.2	1.5	1.8	--	--	0.4 – 0.7	0.8 – 1.4	--
Ni-2	0.2	1.5	1.8	--	--	0.8 – 1.4	--	--
B+Cr	0.2	1.5	1.8	--	--	--	--	0.5 – 0.9
SiMn-1	C+Si+Al: 2.5		1.5	--	--	--	--	--
SiMn-2	C+Si+Al: 2.5		2.0	--	--	--	--	--
SiMn-3	C+Si+Al: 2.5		2.5	--	--	--	--	--
B+Mn	0.2	1.5	3.0	--	--	--	--	--

Nach dem Abkühlen wurden die Blöcke aus der Form genommen und der Schopf mit einer Bandsäge abgeschnitten. Um gleich große Quader ($h = 207 \text{ mm} = \text{Brammendicke}$; $l = 250 \text{ mm}$; $b = 250 \text{ mm}$) zu erhalten, wurden die Probenblöcke zurechtgefräst.

Vor dem Implantieren wurden die Probenquader im Ofen auf 300 °C vorgewärmt und jeweils 2 Stück zu einem Implantblock zusammengeschweißt. Nach Vorliegen aller 3 Implantblöcke für je eine Bramme wurden die Implantblöcke einem Spannungsarmglühzyklus unterworfen (mit 50 °C/h auf 580 °C , 6 h halten, mit 20 °C/h abkühlen auf 300 °C , Halten bis zur Entnahme zum Einschweißen). Als sogenannte „Mutterbrammen“ wurden zwei DP600-Brammen verwendet.

In die kalten Brammen wurden an den Eckpunkten der vorgesehenen Implantöffnungen Löcher vorgebohrt. Danach wurden die Brammen im Ofen in 24 h auf ca. 250 – 300 °C erwärmt und anschließend je 3 Implantöffnungen heraus geschnitten (Abbildung 6.a)). Um Rissbildung aufgrund von Schweißspannungen im spröden Gefüge der Brammen vorzubeugen, durften diese bis zur Walzung nicht mehr unter 250 °C abkühlen. Die Bramme war daher während der gesamten Arbeitsdauer mit Dämmmatten abgedeckt und wurde zusätzlich mit Propangas-Ringbrennern warm gehalten, um ein Auskühlen zu verhindern (Abbildung 6.b)). Alle Implantblöcke für eine Bramme wurden gleichzeitig aus dem Ofen entnommen und in die Bramme eingeschweißt (Zusatzwerkstoff: „EMK 6“). Nach jeder zweiten Schweißlage wurden die Schweißnähte gehämmert. Um die eingeschweißten Blöcke zu markieren, wurden an der Brammenunterseite die letzten 40 – 45 mm mit austenitischem Schweißgut („Böhler Fox A7“) geschweißt. Durch die dunklere Färbung der austenitischen Schweißnaht ist das implantierte Material auch nach der Warmwalzung optisch leicht zu lokalisieren. Die Schweißnähte wurden kerbfrei geschliffen und die Brammen nach der Magnetpulverprüfung (Prüfung auf Oberflächenrisse) bis zur Walzung wieder bei 250 – 300 °C in der Warmhaltebox gelagert.



Abbildung 6. a) Brammenausnehmung mit abgeschrägten Seiten für K-Naht Schweißung
b) Implantblock während der Einschweißung - Temperaturkontrolle

Für den großtechnischen Warmwalzvorgang wurde die Bramme im Stoßofen auf eine Temperatur von 1230 °C erhitzt. Danach wurde sie im Vorgerüst in 5 Stichen reversierend zu einem ca. 38 mm dicken Vorstreifen gewalzt. In der Fertigstraße erfolgte in weiteren 7 Stichen die Walzung auf eine Warmbanddicke von 4 mm. Das Warmband hatte am Ende des Walzvorgangs ungefähr 900 °C, wurde auf der Kühlstrecke auf 590 °C abgekühlt und bei dieser Temperatur gehaspelt.

Nach dem Warmwalzen wurde das implantierte Material an der Inspektionslinie aus dem Warmband herausgeschnitten, um im kleintechnischen Maßstab im Labor weitere Untersuchungen durchführen zu können.

Das Kaltwalzen erfolgte auf dem „Kaltwalzsimulator“, einem Quarto-Walzgerüst im Anwendungstechnikum der voestalpine Stahl GmbH. Der Walzendurchmesser dieses Versuchswalzwerks beträgt 137 – 150 mm, die maximale Durchlassbreite ist 250 mm.

Beim Walzen der Warmbandstücke mit Walzzug traten durch die enorme Verfestigung vor allem bei den Legierungsvarianten SiMn-1, SiMn-2, SiMn-3 und B+Mn beim Kaltwalzen der ersten Tafeln starke Kanteneinrisse auf, die wie „Sollbruchstellen“ wirkten, und unter dem angewendeten Zug zum Abreißen der Bänder führten. Die übrigen Warmbandtafeln dieser Zusammensetzung wurden daher zuglos gewalzt. Um das Risiko der Kanteneinrisse zusätzlich zu minimieren wurden die Proben, die bei der routinemäßig durchgeführten Analyse der mechanischen Eigenschaften des Warmbands die höchsten Festigkeitswerte aufwiesen, zwischen den Walzstichen immer wieder besäimt. Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden von einer Warmbanddicke von 4 mm auf eine Kaltbanddicke von 0.8 mm gewalzt, was einem Kaltwalzgrad von 80 % entspricht.

6.2 Thermodynamische Berechnungen

Zur raschen, systematischen Abschätzung des Einflusses von Legierungselementen auf die Menge an interkritisch gebildetem Austenit wurden Berechnungen mit ThermoCalc durchgeführt. Dieses Programm verwendet eine umfangreiche Sammlung thermodynamischer Daten („TCFE2000“).

Ergänzend zur Bestimmung der Phasenanteile im Gleichgewichtszustand (Orthoequilibrium), wurden auch Paraequilibriumsberechnungen durchgeführt.

Als Paraequilibrium wird ein partielles Gleichgewicht bezeichnet, bei dem das chemische Potential nur einer Komponente in zwei Phasen gleich groß ist, während dies für die übrigen Komponenten nicht zutrifft: Im vorliegenden Fall wird die Diffusionsgeschwindigkeit der anderen Legierungselemente im Vergleich mit der des Kohlenstoffs als vernachlässigbar gering angesehen, und für die Berechnungen im Rahmen des Paraequilibriums nur die Umverteilung des Kohlenstoffs zwischen den Phasen berücksichtigt. Da sich die metallischen Legierungselemente im Vergleich zum Kohlenstoff nur sehr langsam zwischen den Phasen umverteilen, trifft als Beschreibung für die im Zusammenhang mit der TRIP-Wärmebehandlung beobachteten Vorgänge bzw. den Austenitanteil im Gefüge eher das Paraequilibrium zu als das Orthoequilibrium.

Allerdings bilden die beiden Kurven nur eine obere und untere Grenze, zwischen denen der tatsächliche Austenitgehalt liegt.

Im Phasenanteilsdiagramm ist ein Knick in der Kurve aus der Orthoequilibriumsberechnung für den Austenitgehalt im Gefüge erkennbar.

Die Ergebnisse für die Berechnungen im Rahmen von Ortho- bzw. Paraequilibrium unterscheiden sich erst unterhalb dieses Knicks in der Kurve für den Austenitgehalt im Gefüge: bei niedrigeren Temperaturen ergibt die Berechnung unter Paraequilibriumsbedingungen deutlich höhere Werte für den Phasenanteil des Austenits als unter Orthoequilibriumsbedingungen. Das Gleichgewichts-Phasendiagramm eines legierten Stahls ist im Vergleich zum binären Fe-C-Diagramm gemäß der Gibbs'schen Phasenregel (Gleichung 6.2) um verschiedene Phasengebiete (z.B. Misch- bzw. Sonderkarbide) erweitert.

$$P + F = K + 2 \quad \text{Gleichung 6.1}$$

mit K Zahl der Komponenten

P Zahl der im Gleichgewicht zueinander stehenden Phasen

F Zahl der Freiheitsgrade bzw. Zahl der Zustandsgrößen, die ohne eine Änderung der Anzahl der Phasen unabhängig voneinander variiert werden können. Bei kondensierten Systemen kann der Druck als konstant angesehen werden. Die Zahl der Freiheitsgrade reduziert sich dann um eins (Gleichung 6.2).

$$P + F = K + 1 \quad \text{Gleichung 6.2}$$

Die starke Änderung in der Steigung der Kurve für den Austenitanteil kommt durch die Ausscheidung einer zusätzlichen Phase zum Austenit und die damit einhergehende raschere Abnahme des Austenitanteils bei Überschreiten der beschriebenen Phasengrenze im Gleichgewichts-Phasendiagramm beim Abkühlen zustande. In den Berechnungen im Rahmen des Paraequilibriums wurde die Existenz anderer Phasen ausgeschlossen, daher ergeben sich daraus unterhalb der Phasengrenze höhere Austenitanteile als aus den Orthoequilibriumsberechnungen.

Die für die Varianten Mo-1 bis Mo+Nb berechneten Phasenanteile (siehe Abbildung 7.a)) bestätigen die bekannte Wirkung von Molybdän: Da es stabilisierend auf die Ferrit-Phase wirkt, sind die Phasenanteile des Austenits für die Schmelzen Mo-1 und Mo-2 im Vergleich zur Basis im Phasenanteil-Temperatur-Diagramm zu etwas höheren

Temperaturen verschoben – der Austenit ist erst bei geringfügig höheren Temperaturen stabil.

Im Gegensatz dazu sind die Paraequilibriumsberechnungen für die beiden Molybdänvarianten identisch mit dem Ergebnis für die Basislegierung.

Die Austenit-Kurve für Legierung Mo+Nb liegt bei Auftragung des Phasenanteils gegen die Temperatur – ebenfalls entsprechend der ferritstabilisierenden Wirkung von Niob – leicht rechts von der der Basislegierung.

Auch die Paraequilibriumsberechnung für die niobhaltige Legierung ergibt einen etwas niedrigeren Austenitgehalt als in der Basis. Allerdings ist zu beachten, dass im Fall der Niob-Legierung für beide Berechnungen die Bildung von Nb-Karbiden zugelassen wurde. Diese Annahme gilt für das Paraequilibrium jedoch nur dann, wenn die Karbide schon im Warmbandgefüge – also vor der interkritischen Glühung – vorhanden sind, da ansonsten wegen der nicht erlaubten Diffusion des Niobs keine Karbidbildung mehr stattfinden sollte. Das in Form von Karbiden gebundene Niob sollte keinen Einfluss auf die Phasenanteile haben. Eine mögliche Erklärung für den dennoch etwas niedrigeren Austenitgehalt ist, dass durch die Bildung von Niobkarbid ein kleiner Teil des Kohlenstoffs gebunden ist, und daher nicht zur Stabilisierung des Austenits beitragen kann.

Die berechneten Austenitanteile in den Legierungen mit **Nickel, Kupfer oder Chrom** (siehe Abbildung 7.b)) stimmen ebenfalls mit den bekannten Wirkungen dieser Elemente auf das Phasendiagramm gut überein: Die Gleichgewichtsaustenitanteile für die Varianten Ni-1, NiCu und Ni-2 liegen durch die austenitstabilisierende Wirkung von Ni und Cu links von dem der Basislegierung, wobei der Austenit in den höher legierten Varianten (0.4 – 0.7 % Ni + 0.8 – 1.4 % Cu bzw. 0.8 – 1.4 % Ni) dementsprechend noch stabiler ist als in der Variante mit nur 0.4 – 0.7 % Ni.

Auch in den Berechnungen im Rahmen des Paraequilibriums wird dieser Trend bestätigt. Die T_0 -Kurve (Abbildung 8.a)) wird durch Zulegieren von Nickel und Kupfer nach links, also zu niedrigeren Kohlenstoffgehalten bzw. tieferen Temperaturen verschoben.

In der **Legierung B+Cr** ist der Austenitanteil zunächst (bei niedrigeren Temperaturen) geringer als in der Basislegierung, da Chrom das Ferritgebiet erweitert. Allerdings fällt auf, dass diese Tendenz bei höheren Temperaturen nicht mehr zutrifft: bei Temperaturen oberhalb etwa 740 °C zeigen die Kurven für die Basis- und die Chromlegierung den gleichen Verlauf. Das bedeutet, dass Chrom nur die A_1 -Temperatur nach oben verschiebt, und nicht die A_3 -Temperatur.

Im Paraequilibrium ist der Austenitanteil im Phasenanteil-Temperatur-Diagramm für die Chromvariante ebenfalls gleich groß oder nur minimal geringer als der Austenitanteil der Basis-Legierung. Durch Chrom wird der durch diffusionslose Umwandlungen maximal

erreichbare Kohlenstoffgehalt im Austenit erhöht – also die T_0 -Kurve nach rechts bzw. zu höheren Temperaturen verschoben (Abbildung 8.a)).

Auch für die Schmelzen, in denen der **Silizium- und der Mangangehalt variiert** wurden, liefert die Gleichgewichtsrechnung (Ortho-Equilibrium) mit ThermoCalc plausible Kurven (Abbildung 9). In der Legierung SiMn-1, die rund 1.5 % Mn enthält, ist der Austenit erst bei sehr viel höheren Temperaturen stabil – was wegen des hohen Siliziumanteils, der ferritstabilisierend wirkt, zu erwarten ist. Mit dem steigenden Mangangehalt in den Legierungen SiMn-2 und SiMn-3 wird das Phasengleichgewicht durch die austenitstabilisierende Wirkung des Mangans jeweils zu tieferen Temperaturen verschoben. Allerdings liegt der Austenitanteil auch in der Variante mit 2.5 % Mn noch unter dem der Basislegierung. Erst bei Erhöhung der zulegierten Manganmenge auf 3 % und gleichzeitiger Absenkung des Siliziumgehalts auf den der Basislegierung liegt die Gleichgewichtskurve für den Austenitanteil im Phasenanteil-Temperatur-Diagramm bei tieferen Temperaturen, ist also im Diagramm nach links verschoben. Das bedeutet, dass die Probe B+Mn im Vergleich mit den Legierungen SiMn-1 bis SiMn-3 bei der gleichen Temperatur (oberhalb der A_1 -Temperatur) mehr Austenit enthält bzw. dass die Probe bereits bei einer niedrigeren Temperatur (ca. 850 statt 950 °C) voll austenitisch ist.

Die Berechnungen unter Paraequilibriumbedingungen bestätigen diesen Trend.

Silizium und Mangan haben jeweils entgegengesetzte Wirkung auf die T_0 -Kurve (Abbildung 8.b)): Durch Zulegieren von Silizium wird die T_0 -Kurve relativ zur Basislegierung nach rechts (zu höheren Kohlenstoffgehalten) verschoben. Eine Verschiebung nach links wird hingegen durch Erhöhen des Mangangehalts in der Legierung erzielt.

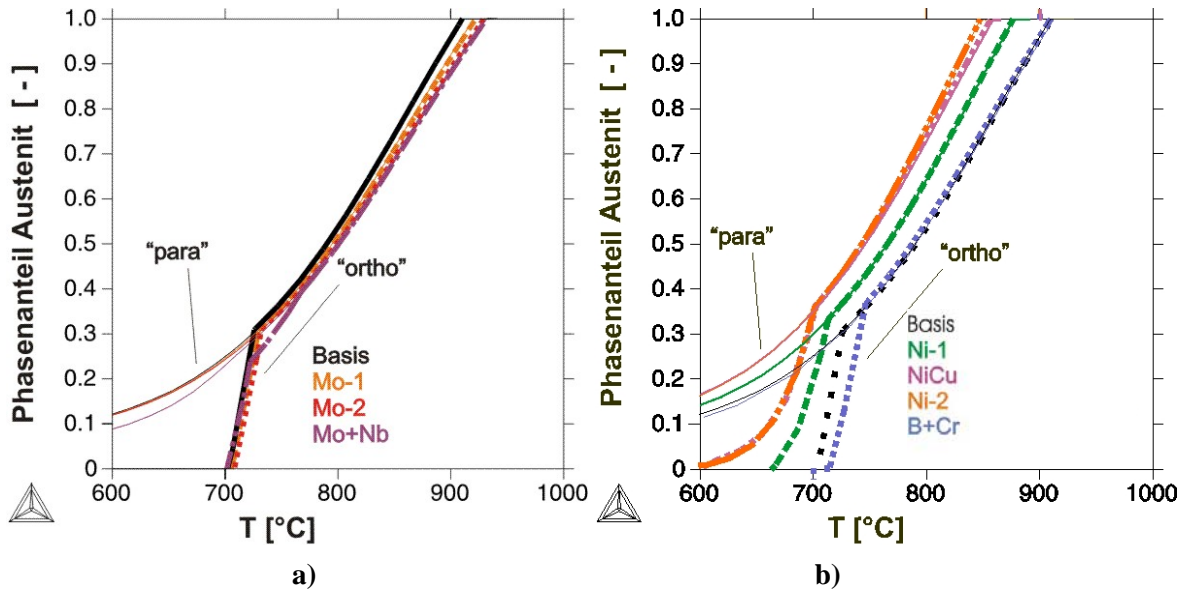


Abbildung 7. Mit ThermoCalc berechnete Austenit-Phasenanteile für
 a) Basis + Varianten Mo-1 bis Mo+Nb und b) Basis + Varianten Ni-1 bis B+Cr

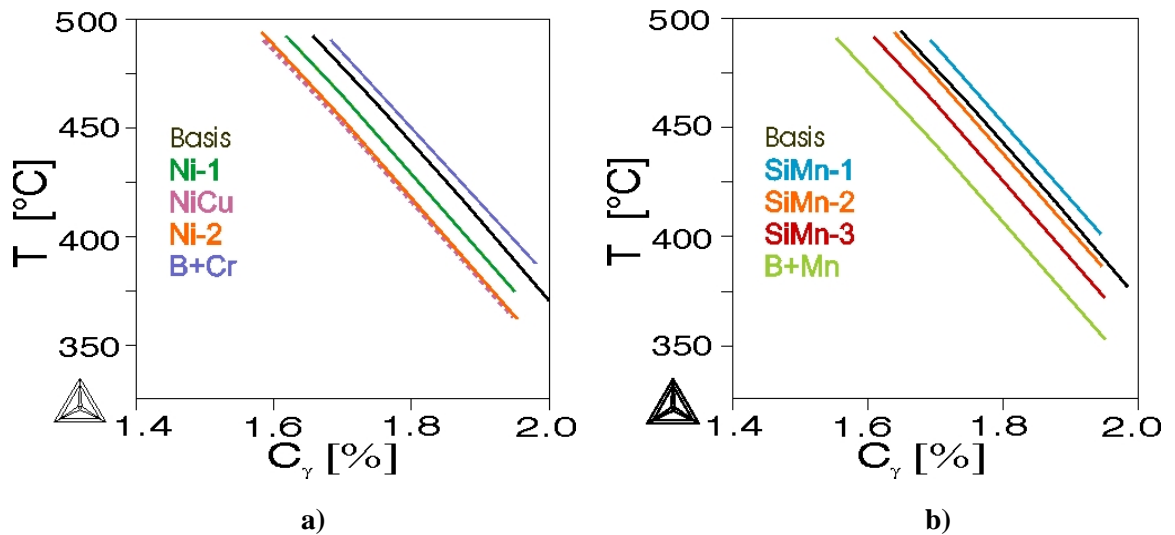


Abbildung 8. Mit ThermoCalc berechnete T_0 -Kurven für Basislegierung und Stähle
 a) Ni-1 bis B+Cr und b) SiMn-1 bis B+Mn

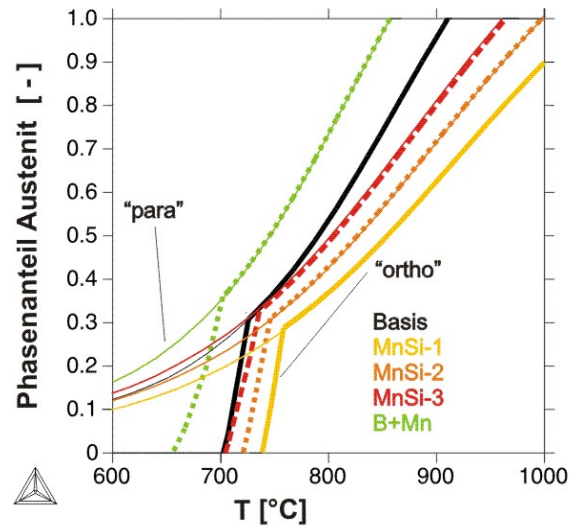


Abbildung 9. Mit ThermoCalc berechnete Austenit-Phasenanteile für Basislegierung und Varianten SiMn-1; SiMn-2; SiMn-3 und B+Mn

6.3 Untersuchungen

6.3.1 Glühsimulationen

Die Wärmebehandlung der kaltgewalzten Bleche wurde am „Multi-Purpose Annealing Simulator (MULTIPAS)“ der voestalpine Stahl Linz GmbH simuliert [150].

Zunächst wurden das Rekristallisationsverhalten, die Zementitauflösung und Austenitbildung aller hier behandelten Legierungsvarianten untersucht. Hierfür wurden Probenstreifen im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet bei verschiedenen Temperaturen und unterschiedlichen Haltezeiten gegläht und dann in Wasser abgeschreckt.

In weiteren Glühversuchen wurden die interkritischen Glühbedingungen konstant gehalten und der Einfluss der Legierungselemente auf die Umwandlung des Austenits als Funktion der Kühlrate und der Einfluss von verschiedenen Mikrostrukturen auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. Für diese Untersuchungen wurden Proben aller Legierungsvarianten unter den gleichen Bedingungen im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet gegläht und anschließend mit verschiedenen Kühlraten zwischen 0.2 und 50 K/s auf Raumtemperatur abgekühlt.

Um die Interpretation bezüglich der während der Kühlung stattfindenden Phasenumwandlungen zu untermauern, wurden unterbrochene Kühlversuche durchgeführt: Die Proben wurden interkritisch gegläht, mit unterschiedlichen Kühlraten gekühlt und bei verschiedenen Abschrecktemperaturen in Wasser abgeschreckt.

Da die Umwandlung des Austenits in Bainit während des isothermen Haltens ausschlaggebend für die mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls ist, wurden die Umwandlungskinetik während des isothermen Haltens in der Bainitstufe, sowie die resultierende Mikrostruktur, die Restaustenitstabilität und die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der interkritischen Glüh Temperatur, der Zwischenkühlrate und der Overagingtemperatur und -zeit untersucht.

6.3.2 Gefügecharakterisierung

Lichtmikroskop

Für die metallographischen Untersuchungen im Lichtmikroskop stehen verschiedene Ätz-Methoden zur Verfügung, die für TRIP-Stähle geeignet sind [151 - 156].

Eine häufig für TRIP-Stähle verwendete Ätzung ist die nach Klemm in Kombination mit einer Ätzung mit Nital-Lösung: Hierbei wird die Probe zunächst mit Nital-Lösung geätzt, um die Phasen- bzw. Korngrenzen sichtbar zu machen. In einem zweiten Schritt wird die Probe einer Farbätzung in einer wässrigen Lösung von Natriumthiosulfat und Kaliummetabisulfid unterzogen [151, 152]. Da bei der Klemm'schen Methode relativ

leicht eine Überätzung passiert bzw. die Korngrenzen durch die Ätzung nach LePera [153, 155, 156] schärfer abgebildet werden, wurden die meisten Proben nach LePera geätzt. Bei dieser Farb-Ätzmethode erfolgt die Anfärbung der Gefügebestandteile mit einer Lösung aus Na-Metabisulfit und Pikrinsäure in Ethanol. Dadurch erscheinen Martensit und Austenit weiß, Ferrit braun oder blau und ev. vorhandener Perlit schwarz. Allerdings ist nicht immer eine eindeutige Unterscheidung zwischen Martensit und Restaustenit möglich. Daher muss hierbei aus dem Kontext (Wärmebehandlung bzw. Kühlrate) und im Vergleich mit den Ergebnissen der magnetischen Restaustenitbestimmung entschieden werden, ob es sich um Martensit oder Restaustenit handelt.

Eine andere Methode, um Martensit eindeutig zu identifizieren, ist, die Proben anzulassen – nach einer solchen Wärmebehandlung bei ca. 200 °C erscheint der Martensit hellbraun schattiert, während der Austenit weiß bleibt.

Die in einigen Gefügebildern beobachteten unterschiedlichen, hellen Braunschattierungen (auch ohne nachträgliches Anlassen) können dennoch nicht immer eindeutig einer bestimmten Phase zugeordnet werden. Bei den betreffenden Bereichen handelt es sich jedenfalls um Gebiete mit einer „Substruktur“, die mit der Verteilung des Kohlenstoffs im Gefüge zusammenhängt, also entweder um angelassenen Martensit oder auch unteren Bainit. Im Transmissionselektronenmikroskop lassen sich diese beiden normalerweise anhand der Orientierung der Karbidausscheidungen unterscheiden: Im angelassenen Martensit kommen diese in 3 Ausrichtungen (jeweils im Winkel von 120 ° zueinander) vor (häufig sind im Elektronenmikroskop allerdings nur 2 dieser 3 Vorzugsrichtungen deutlich zu erkennen), während die Zementitteilchen im unteren Bainit nur in einer Orientierung auftreten [4, 54, 133, 157].

Soweit nicht anders vermerkt, wurden die Bilder im Lichtmikroskop bei 1000-facher Vergrößerung parallel zur Walzrichtung aufgenommen.

Durchstrahlungselektronenmikroskop

Von ausgewählten Proben wurden nach der Glühung im Glühsimulator auch noch Aufnahmen im Elektronenmikroskop gemacht. Dabei kamen verschiedene Modi zur Anwendung: Um die Oberfläche der Proben abzubilden wurde der Sekundärelektronen-Detektor (SE) eingesetzt und die Proben im STEM („*Scanning Transmission Electron Microscope*“) durchstrahlt.

Die höchsten Auflösungen können im TEM („*Transmissions-Elektronenmikroskop*“) erzielt werden, daher wurde diese Methode zur detaillierteren Untersuchung der Mikrostruktur herangezogen.

Die dünnen Folien für die Transmissions-Elektronenmikroskopie wurden durch Schleifen von 3 mm-Scheibchen der zu untersuchenden Proben und anschließendes Elektropolieren in einem Elektrolyten aus 5 – 10 % Perchloroessigsäure erhalten. Diese wurden dann in einem Philips CM20 bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV untersucht. Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden alle im Kompetenzzentrum für Mikro- und Nanocharakterisation Seibersdorf durchgeführt.

6.3.3 Dilatometrie

Für die Untersuchungen am Bähr-Dilatometer vom Typ 805 A/D wurden aus den Blechen Dilatometerproben gefertigt (Blehdicke $d=3.5 \cdot 10$ mm), um die während der Abkühlung und des isothermen Haltens in der Bainitstufe stattfindenden Phasenumwandlungen beobachten zu können. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Austenit (γ) und Ferrit (α) ist die während des isothermen Haltens gemessene Längenänderung durch die Umwandlung von Austenit in Bainit von der isothermen Haltetemperatur abhängig.

Um die Ergebnisse vergleichbar zu machen, wurden die gemessenen Daten folgendermaßen normiert: Eine Probe mit gleicher Legierungszusammensetzung wie das Versuchsmaterial wurde vollständig austenitisiert und ein Referenz-Dilatogramm aufgenommen. In diesem wurden für den γ - bzw. den α -Ast Ausgleichsgeraden berechnet und zu höheren bzw. niedrigeren Temperaturen extrapoliert (siehe Abbildung 10). Anschließend wurde für jede Haltetemperatur der vertikale Abstand $\Delta_{\alpha\gamma}$ zwischen diesen beiden Geraden bestimmt: $\Delta_{\alpha\gamma}$ ist jene Längenänderung, die man messen würde, wenn bei der entsprechenden Temperatur 100 % Austenit in Ferrit umwandeln würde. Die experimentell bestimmte Längenänderung während des isothermen Haltens wurde dann durch das errechnete $\Delta_{\alpha\gamma}$ dividiert.

Aufgrund dieser Normierung kann die „normalisierte Längenänderung“ als Maß für den in der Bainitstufe umwandelnden Austenit interpretiert werden [4].

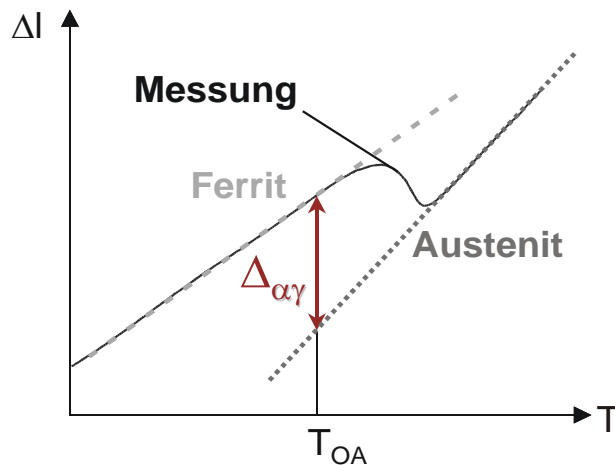


Abbildung 10. Normierungsverfahren für Dilatometrie-Auswertung
(T_{OA} = Overagingtemperatur)

6.3.4 Restaustenitgehalt und Restaustenitstabilität

Zur Messung des Restaustenitanteiles wurde die Jochisthmus-Methode [158, 159] verwendet, die sich das unterschiedliche magnetische Verhalten von Ferrit (ferromagnetisch unterhalb der Curie-Temperatur) und Austenit (paramagnetisch) zunutze macht.

Die Probe wird durch eine Messspule geführt, wobei sie eine Spannung $U_{ind}(t)$ als Funktion der Zeit induziert (Abbildung 11). Der Wert der Sättigungsmagnetisierung wird anhand der Gleichung 6.3 bestimmt, wobei K eine Gerätekonstante (Geometrie der Messspule), und V das Volumen der Probe (ermittelt aus der Masse und der Dichte der Probe) darstellt.

$$J_m = \frac{\int U_{ind} dt}{KV} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 6.3}$$

Um den Restaustenitgehalt der Probe zu bestimmen, wird die Sättigungsmagnetisierung der Probe (J_m) mit dem Referenzwert für eine austenitfreie Probe (J_S^{ref}) verglichen (Gleichung 6.4).

$$A_{aust} = \frac{J_S^{ref} - J_m}{J_S^{ref}} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 6.4}$$

Der Referenzwert der Sättigungsmagnetisierung kann theoretisch durch Messung an einer austenit- und zementitfreien Probe bestimmt werden, die die gleiche Legierungszusammensetzung aufweist wie die zu untersuchende Probe.

Für die vorliegende Arbeit wurde der Referenzwert allerdings mit der Gleichung 6.5 berechnet, in der die Magnetisierung von reinem Eisen ($J_S^{\text{Fe}} = 2.158 \text{ T}$) entsprechend der Legierungszusammensetzung reduziert wird.

$$J_S^{\text{ref}} = J_S^{\text{Fe}} - \sum_n \alpha_n A_n \quad \text{Gleichung 6.5}$$

Dabei bedeutet A_n den Anteil des Legierungselements n in Massenprozent, und α_n den elementspezifischen Reduktionsfaktor (siehe Tabelle 3).

Tabelle 3. Faktorübersicht [4]

Element	Reduktionsfaktor α_n [T/%]
C	0.1500
Si	0.0480
Mn	0.0244
Al	0.0570
Cr	0.0305
Ni	0.0322
Mo	0.0600
Cu _g	0.0480
Cu _u	0.0200

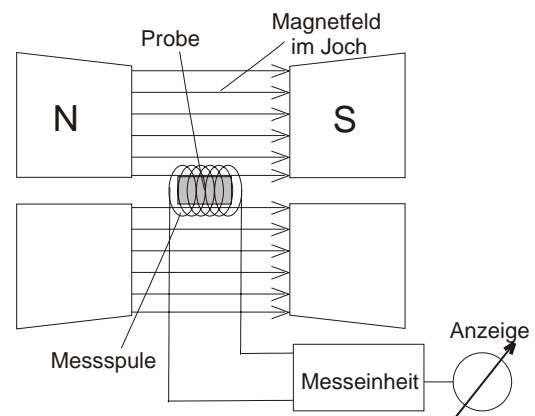


Abbildung 11. Schematische Darstellung der Joch-Isthmus-Methode

Reckversuche:

Um die Restaustenitstabilität zu untersuchen, wurden Reckversuche durchgeführt. Dazu wurden aus ausgewählten Proben nach der Wärmebehandlung jeweils 6 kleine Zugproben (siehe Abbildung 12) angefertigt und bis zu definierten Dehnungswerten (2 %; 4 %; 8 %; 12 %; 16 % und 20 %) gereckt. Anschließend wurden aus diesen Miniatur-Zugproben Proben für die Jochisthmus-Methode erodiert und der Restaustenitgehalt in Abhängigkeit vom Reckgrad bestimmt.

Mit Hilfe von Gleichung 6.6 wurde aus den so erhaltenen Restaustenitanteilen der Stabilitätsfaktor k berechnet, anhand dessen die Stabilität des Restaustenits gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung in Martensit quantifiziert werden kann [4, 130]:

$$\log f_{\gamma} = \log f_{\gamma 0} - k\varepsilon \quad \text{Gleichung 6.6}$$

- mit $f_{\gamma 0}$... Restaustenitgehalt bei 0 % Dehnung
 f_{γ} ... Restaustenitgehalt bei Dehnung ε
 ε ... Dehnung
 k ... Stabilitätsfaktor gegen verformungsinduzierte Umwandlung

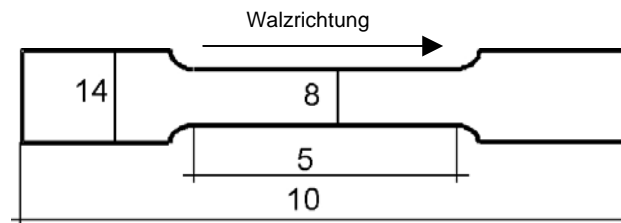


Abbildung 12. Miniatur-Zugprobe zur Bestimmung der Restaustenitstabilität (Maße in mm)

6.3.5 Mechanische Eigenschaften

Die Gleichmaß- und Bruch-Dehnung sowie die Streckgrenze und die Zugfestigkeit wurden mittels Zugversuch nach der europäischen Norm EN 10002 Teil 1 bestimmt. Die Probenform hierfür entspricht der EN 10002 Teil 1, Anhang A, Probenform 2 (siehe Abbildung 13).

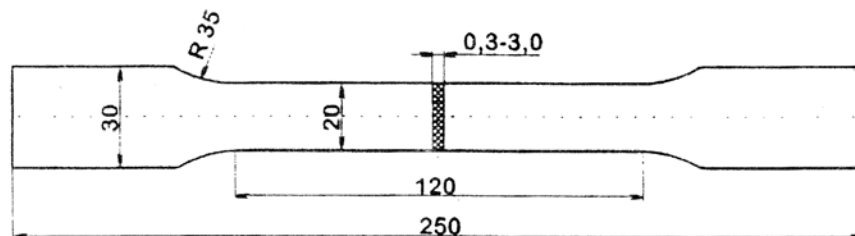


Abbildung 13. Zugprobe nach EN 10002 Teil 1, Anhang A, Probenform 2 (Maße in mm)

Bei der verwendeten Zugprüfmaschine „RKM 250“ (Roell & Korthaus) erfolgte die Kraftübertragung über einen elektromechanischen Antrieb. Die Längs- und Querdehnungen der Probe wurden mit induktiven Wegaufnehmern gemessen.

Die Prüfgeschwindigkeit betrug 10 MPa/s im elastischen Bereich, 5 %/min im Lüdersbereich und 25 %/min ab dem Ende des Lüdersbereichs bis zum Bruch.

Die Zugprüfung wurde bei allen Versuchen an Längsproben (L) durchgeführt, das heißt, die Zugproben wurden parallel zur Walzrichtung aus dem Kaltband entnommen und geprüft.

7 Ergebnisse

7.1 Vollständige Austenitisierung im Dilatometer

Proben von allen Legierungsvarianten wurden im Dilatometer zunächst bei 1100 °C 60 s lang geglüht, da unter diesen Bedingungen für alle Legierungszusammensetzungen eine vollständige Austenitisierung zu erwarten ist, und anschließend mit 0.2 bzw. 25 K/s auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Verhalten von Proben aller Versuchslegierungen bei der Abkühlung nach der vollständigen Austenitisierung wurde anhand der im Dilatometer aufgezeichneten Längenänderung untersucht, sowie anschließend die Mikrostruktur bestimmt.

Diese Untersuchungen wurden durchgeführt, um den Einfluss der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten während des Kühlens genauer beobachten zu können, als nach einer Glühung im interkritischen Bereich, da bei einer solchen Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet durch die Legierungszusammensetzung auch die Phasenanteile von Austenit und Ferrit, sowie deren Eigenschaften (Kohlenstoffgehalt, Korngröße, Morphologie, usw.) beeinflusst werden.

7.1.1 Dilatometrie

Niedrige Kühlrate (0.2 K/s): Nach vollständiger Austenitisierung bei $T_{IK} = 1100$ °C ($t_{IK} = 60$ s) ist beim Abkühlen der **Molybdänvarianten** mit 0.2 K/s im Dilatometer eine Umwandlung zu erkennen (Abbildung 14.a)) – und zwar im Fall von Mo-1 (0.2 – 0.5 % Mo) bei ca. 570 °C, und für Mo-2 und Mo+Nb (beide 0.4 – 1.0 % Mo) bei etwa 500 °C.

Die Proben der Versuchslegierungen Ni-1, Ni-2, NiCu und B+Cr (Abbildung 14.b)) zeigen bei der langsameren Abkühlung ($dT/dt = 0.2$ K/s) nach der vollständigen Austenitisierung ein ähnliches Verhalten. Zwischen ca. 700 und 500 °C laufen zwei unmittelbar auf einander folgende Umwandlungen ab. Der chromhaltige Stahl B+Cr wandelt bei den höchsten Temperaturen um, bei den nickellegierten Proben Ni-1 und Ni-2 liegt die mit dem höheren Ni-Gehalt (Ni-2) im Δl vs. T -Diagramm bei deutlich tieferen Temperaturen als die niedriger legierte (Ni-1), während die Probe mit Kupfer (NiCu) erst bei noch niedrigeren Temperaturen umwandelt.

Bei den **Schmelzen SiMn-1 bis SiMn-3**, bei denen bei einem fixen Siliziumgehalt jeweils der Mangangehalt in 0.5 %-Schritten erhöht wurde (1.5/2.0/2.5 % Mn), folgt bei Anwendung der langsameren Kühlrate ($dT/dt = 0.2$ K/s) auf eine erste langsame Umwandlung im Perlitbereich eine deutlich verzögerte Bainitbildung. Dabei wird die

Δl vs. T -Kurve mit steigendem Mangananteil zu tieferen Temperaturen verschoben (Abbildung 14.c)).

Bei **Legierung B+Mn** wird durch den extrem hohen Mangangehalt (3 % Mn bei gleichem Si-Gehalt wie in der Basislegierung) die Perlitbildung trotz der sehr niedrigen Kühlrate vollständig unterdrückt – die gesamte Umwandlung erfolgt erst in der Bainitstufe.

Hohe Kühlrate (25 K/s): Kühlt man die **molybdänlegierten Proben** nach dem Austenitisieren bei 1100 °C mit einer Kühlrate von 25 K/s, findet nur noch eine martensitische Umwandlung bei ca. 400 °C statt.

Auch für die **Legierungen der beiden anderen Serien** (Nickel-, Kupfer, Chrom- bzw. Silizium-Mangan-Varianten; siehe Abbildung 14 b) und c)) ist während der Abkühlung nach vollständiger Austenitisierung mit 25 K/s außer der martensitischen keine Umwandlung mehr zu sehen.

Einzig bei der Probe mit der Zusammensetzung **SiMn-1** (1.5 % Mn) ist auch bei dieser hohen Kühlrate in der Dilatometerkurve bei ca. 700 °C eine Umwandlung zusätzlich zur Martensitbildung bei knapp 400 °C zu erkennen, außerdem liegt die Martensitstarttemperatur deutlich über der der anderen SiMn-Legierungen.

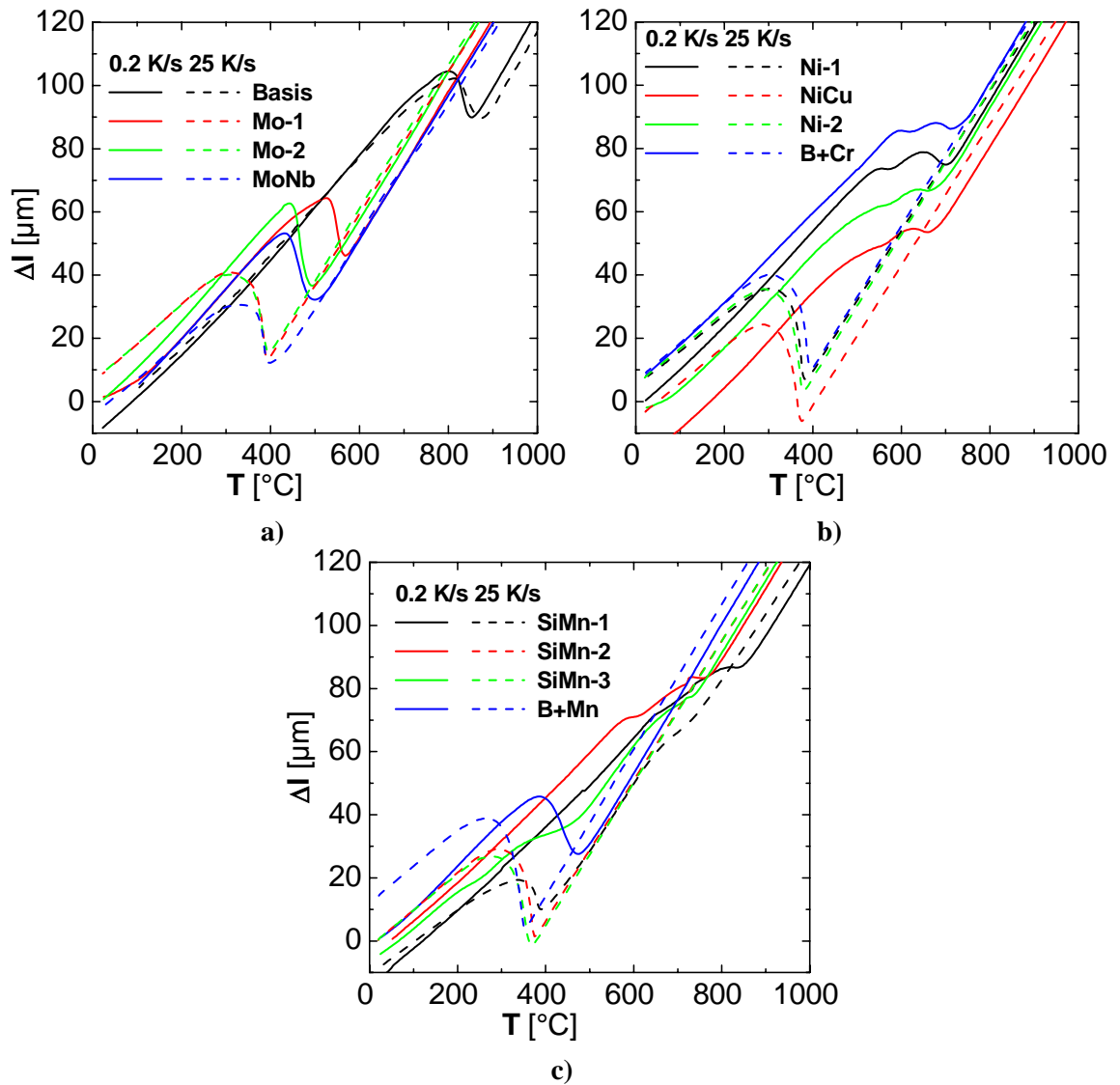


Abbildung 14. Einfluss der Kühlrate auf das Umwandlungsverhalten nach vollständiger Austenitisierung ($dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{\text{IK}} = 1100 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $t_{\text{IK}} = 60 \text{ s}$): im Dilatometer gemessene Längenänderung

7.1.2 Mikrostruktur nach vollständiger Austenitisierung & Abkühlung im Dilatometer

Während das Gefüge der **Basislegierung** nach der Abkühlung mit der sehr niedrigen Kühlrate ($dT/dt = 0.2 \text{ K/s}$; Abbildung 15.a)) sehr große Ferritkörner (ca. 30-50 μm) und deutlich ausgebildete Zementit-Lamellen im Perlit, sowie sehr wenig Restaustenit (weiß) enthält, führt die höhere Kühlrate ($dT/dt = 25 \text{ K/s}$; Abbildung 15.b)) zu feinkörnigem Ferrit und Perlit.

Nach **Abkühlung mit 0.2 K/s** sind in den Gefügebildern der **3 Mo-Legierungen** die ehemaligen Austenitkorngrenzen zu erkennen. In der Variante mit wenig Molybdän besteht das Gefüge aus Ferrit (blau), Martensit (hellbraun) und etwa 9.4 % Austenit (weiß; mittels Jochisthmus-Methode in der Dilatometerprobe gemessen) (Abbildung 15.c)). Die dunkelbraunen, unscharfen Flecken im Gefüge (siehe rote Markierungen in Abbildung 15.c)) könnten auf eine Perlit- bzw. Bainitbildung hinweisen.

Die beiden Proben mit mehr Molybdän (ohne Abbildung) enthalten nadeligen Ferrit, kaum Martensit und mit ca. 13.1 bzw. 12.3 % etwas mehr Restaustenit als jene mit weniger Molybdän (wieder mittels Jochisthmus-Methode in der Dilatometerprobe bestimmt), wobei die niobhaltige Probe eine insgesamt feinere Struktur aufweist.

Nach **Abkühlung mit 25 K/s** ist die Mikrostruktur bei allen **3 molybdänhaltigen Legierungsvarianten** nahezu rein martensitisch – das im Lichtmikroskop aufgenommene Bild zeigt die Martensitnadeln und dazwischen kleine Reste von Austenit (weiße Körner in Abbildung 15.d)).

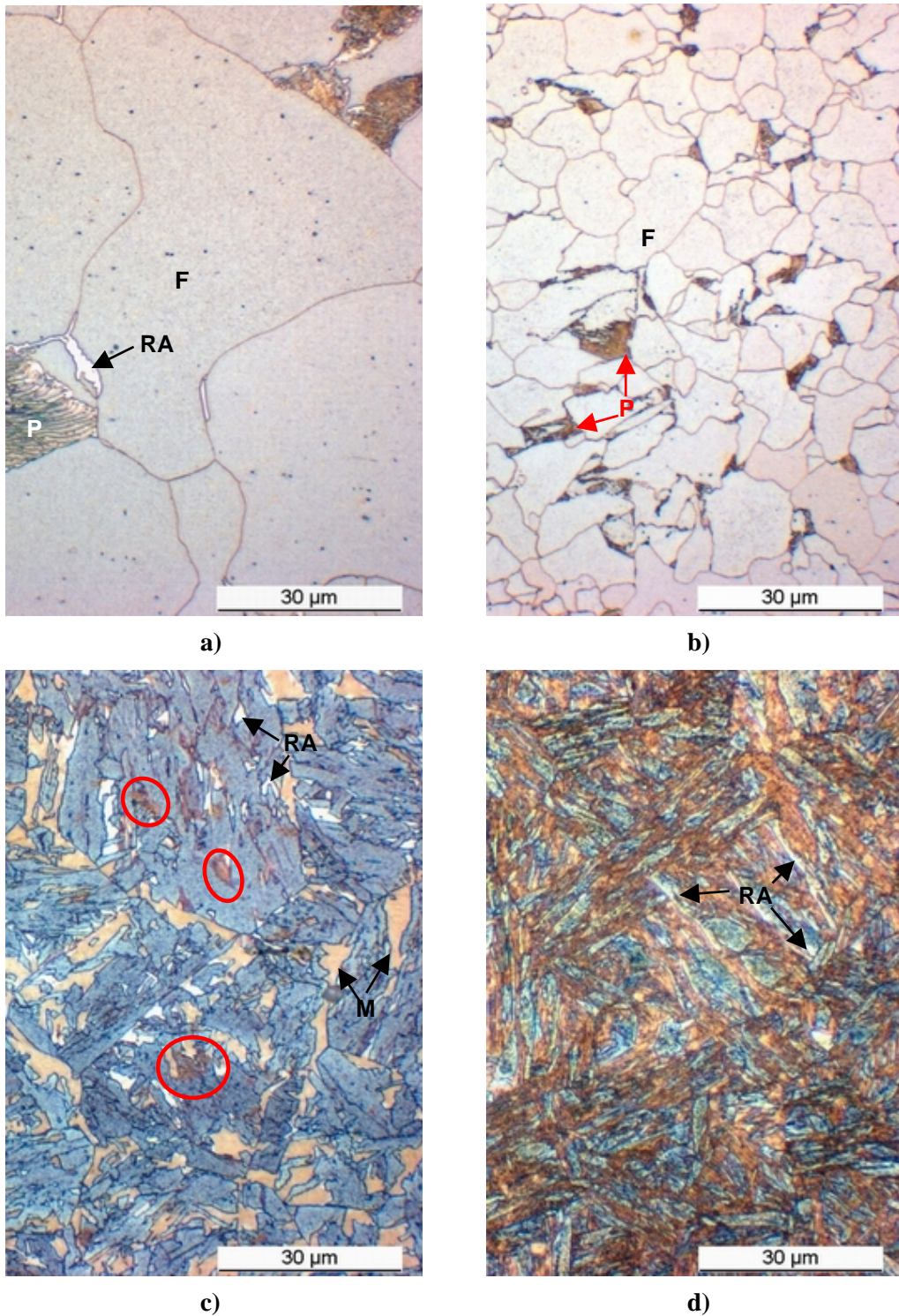


Abbildung 15. Gefüge nach vollständiger Austenitisierung (Aufheizrate $dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{IK} = 1100 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) und anschließender Abkühlung im Dilatometer; F = Ferrit; P = Perlit; RA = Restaustenit; M = Martensit;
Basis: a) $dT/dt = 0.2 \text{ K/s}$; b) $dT/dt = 25 \text{ K/s}$
Mo-1: c) $dT/dt = 0.2 \text{ K/s}$ (rote Markierungen: möglicherweise Bainit);
 d) $dT/dt = 25 \text{ K/s}$

Die Gefügebilder der Proben der **Ni-, Cu- und Cr-Legierungen Ni-1, Ni-2, NiCu und B+Cr** nach der vollständigen Austenitisierung und anschließenden Abkühlung unterscheiden sich von denen der Molybdänvarianten nur dadurch, dass in den langsam abgekühlten Proben ($dT/dt = 0.2 \text{ K/s}$) polygonaler Ferrit und außer Martensit und Restaustenit Perlit gefunden wurde (siehe Abbildungen 16 und 17).

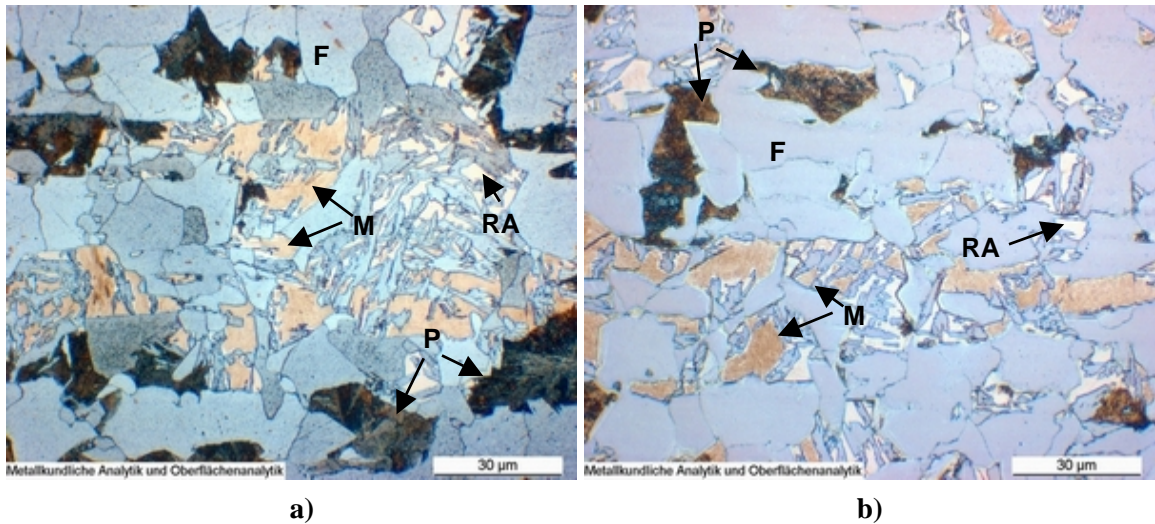


Abbildung 16. Gefüge nach vollständiger Austenitisierung (Aufheizrate $dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{IK} = 1100 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) und Abkühlung mit 0.2 K/s im Dilatometer; F = Ferrit; P = Perlit; RA = Restaustenit; M = Martensit; **a) Ni-1; b) NiCu**

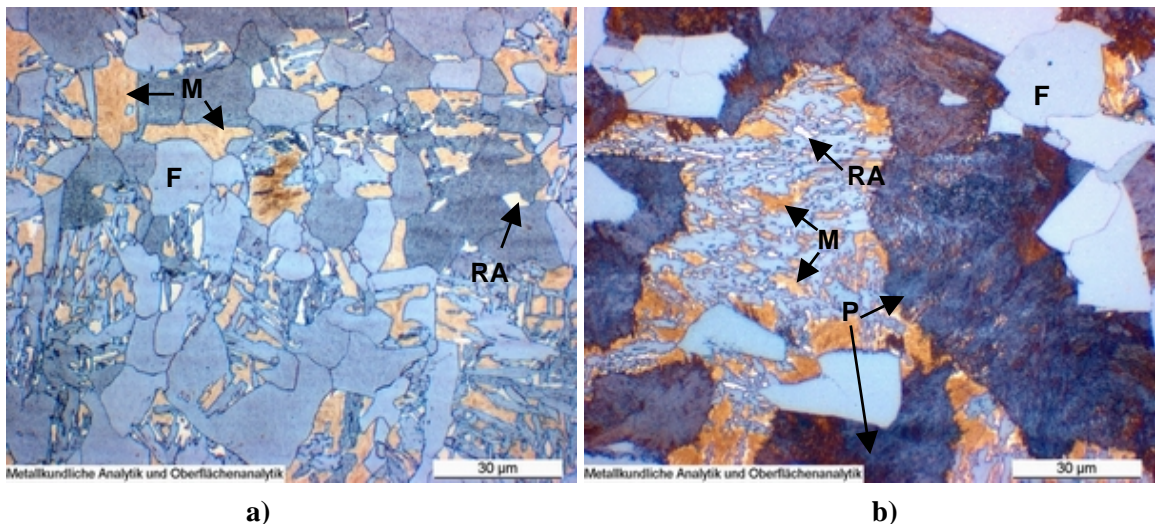


Abbildung 17. Gefüge nach vollständiger Austenitisierung (Aufheizrate $dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{IK} = 1100 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) und Abkühlung mit 0.2 K/s im Dilatometer; F = Ferrit; P = Perlit; RA = Restaustenit; M = Martensit; **a) Ni-2; b) B+Cr**

Dasselbe gilt für die **Schmelzen SiMn-1 bis SiMn-3 und B+Mn**, in denen der **Silizium- und Mangengehalt** variiert wurden: Nach der langsameren Abkühlung mit 0.2 K/s

(Abbildung 18) enthält das Gefüge in allen Fällen große Ferritkörner, Martensit, wenig Austenit und große perlitische Bereiche, wobei der Restaustenitanteil mit zunehmendem Mangangehalt deutlich zunimmt. Bei den Gefügebildern nach der schnellen Abkühlung ($dT/dt = 25 \text{ K/s}$) fällt auf, dass die Probe SiMn-1 noch Ferritkörner enthält (siehe rote Markierungen in Abbildung 19.a)), während die übrigen Varianten mit den höheren Mangangehalten rein martensitische Gefüge aufweisen (Abbildung 19.b)).

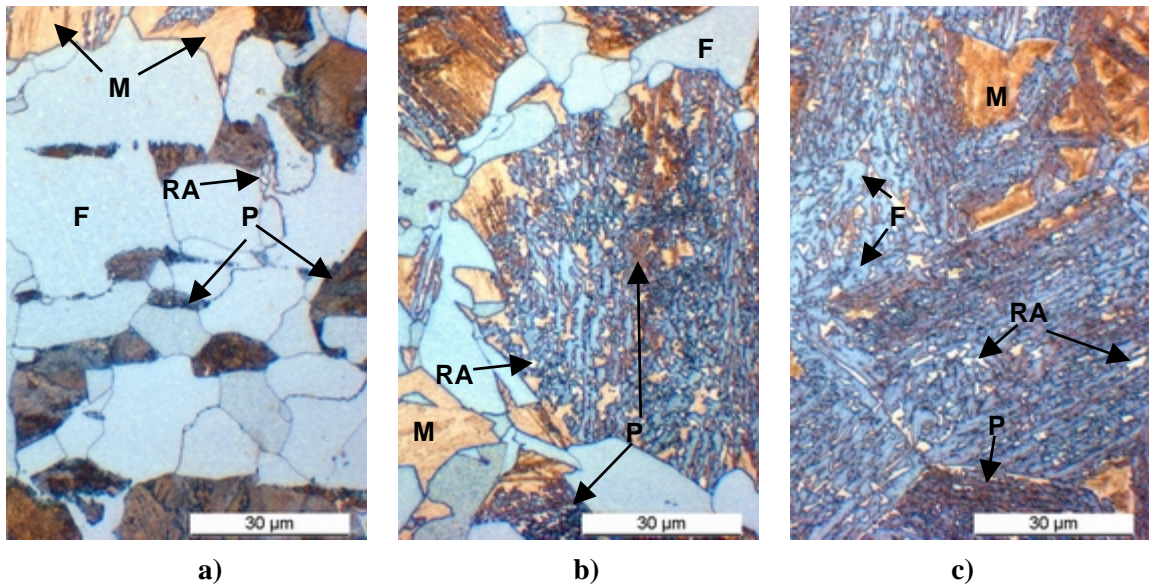


Abbildung 18. Gefüge nach vollständiger Austenitisierung ($dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{IK} = 1100 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) und anschließender Abkühlung mit 0.2 K/s im Dilatometer; F = Ferrit; P = Perlit; RA = Restaustenit; M = Martensit; a) SiMn-2; b) SiMn-3; c) B+Mn

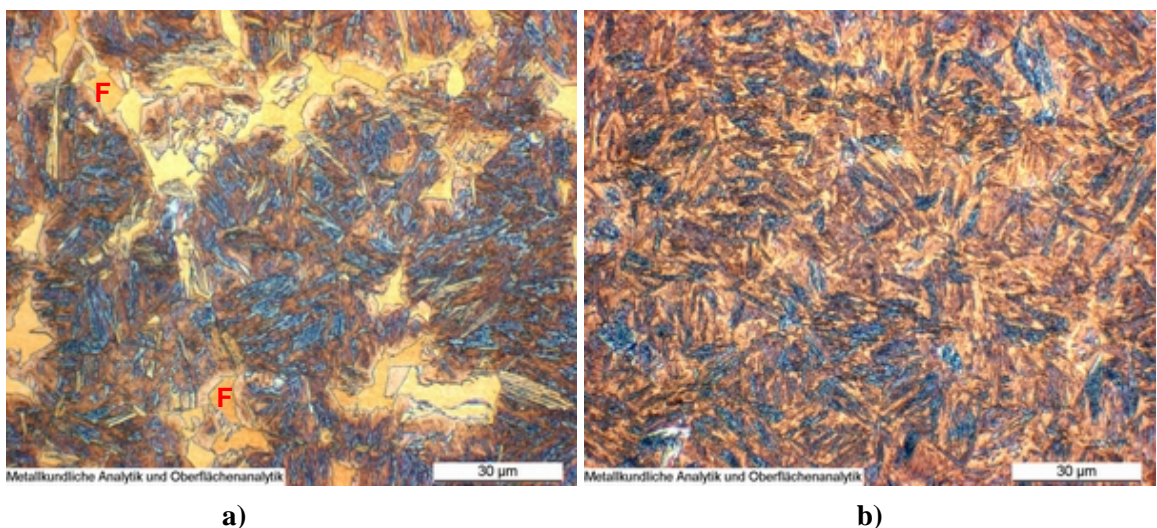


Abbildung 19. Gefüge nach vollständiger Austenitisierung ($dT/dt = 25 \text{ K/s}$; $T_{IK} = 1100 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) und anschließender Abkühlung mit 25 K/s im Dilatometer; F = Ferrit; a) SiMn-1; b) SiMn-3

7.2 Interkritische Glühung

Die interkritische Glühung bestimmt die Ausgangssituation für die weitere Wärmebehandlung. Um Informationen über Rekristallisation, Austenit- und Ferrit-Anteil, sowie andere Gefügeparameter (Korngrößen, Morphologie, Anordnung der Phasen zueinander, ev. Seigerungen) zu erhalten, wurden Probenstreifen der Legierungsvarianten bei verschiedenen Temperaturen T_{IK} geglüht und jeweils nach 60, 120, 240 bzw. 480 s in Wasser abgeschreckt.

Die im Lichtmikroskop aufgenommenen Bilder der im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet unterschiedlich lang geglühten und anschließend in Wasser abgeschreckten Proben (Abbildung 20.a) bis d)) zeigen den Einfluss der Haltezeit bei $T_{IK} = 800\text{ °C}$. Schreckt man die Probe nach Erreichen der Glühtemperatur ohne Haltephase gleich wieder ab, enthält das Gefüge noch nicht vollständig rekristallisierte Körner. Mit zunehmender Haltezeit wird die Rekristallisation vollständig und es bildet sich immer mehr Austenit, wobei die Änderung im Gefüge zwischen 120 und 240 s nur mehr gering ist.

In Abbildung 21.a) bis d) ist der Einfluss der interkritischen Glühtemperatur für Stahl Mo-1 gezeigt. Mit steigender Haltetemperatur nimmt der Austenitanteil im Gefüge deutlich zu, bereits bei der niedrigsten Haltetemperatur ($T_{IK} = 780\text{ °C}$) erscheint das Gefüge vollständig rekristallisiert.

Nach Glühung unter den später auch für die Vorkühl- und Overaging-Versuche gewählten Bedingungen ($T_{IK} = 800\text{ °C}$; $t_{IK} = 60\text{ s}$; Abbildung 22.a) bis d)) weisen die **molybdänlegierten Schmelzen** eine homogene Korngrößenverteilung und einen relativ hohen Phasenanteil an interkritisch gebildetem Austenit auf, der jedoch (übereinstimmend mit den thermodynamischen Berechnungen) etwas niedriger ist als in der Basislegierung. Das Zulegieren von 0.02 % Niob bewirkt eine Verfeinerung des Gefüges.

Die **Ni/Cu-Varianten** weisen nach der interkritischen Glühungen unter den gleichen Bedingungen eine relativ homogene Korngrößenverteilung und eine leichte Zeiligkeit auf. Wie nach Vergleich der Literaturangaben und der thermodynamischen Berechnungen zu erwarten, ist in den Proben NiCu und Ni-2 der Austenitanteil etwas höher als in Stahl Ni-1 (Abbildung 23.a) bis c)).

Die **Chromvariante B+Cr** enthält nach der ebenfalls gleichen Glühbehandlung ($T_{IK} = 800\text{ °C}$; $t_{IK} = 60\text{ s}$; Abbildung 23.d)) im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet etwa gleich viel interkritisch gebildeten Austenit (bzw. durch das Abschrecken aus diesem entstandenen

Martensit) wie Variante Ni-2, allerdings sind die Ferritkörner unterschiedlich groß und insgesamt etwas größer als in den Cu/Ni-legierten TRIP-Stählen.

Die Gefügebilder der **Varianten SiMn-1 bis SiMn-3** ($T_{IK} = 800\text{ °C}$; $t_{IK} = 60\text{ s}$; Abbildung 24.a) bis c)) zeigen eine mit steigendem Mangengehalt deutlich feinere Mikrostruktur. Die **3%-Mangan-Variante B+Mn** ($T_{IK} = 800\text{ °C}$; $t_{IK} = 60\text{ s}$; Abbildung 24.d)) enthält nur mehr eine sehr geringe Menge an sehr feinkörnigem Ferrit.

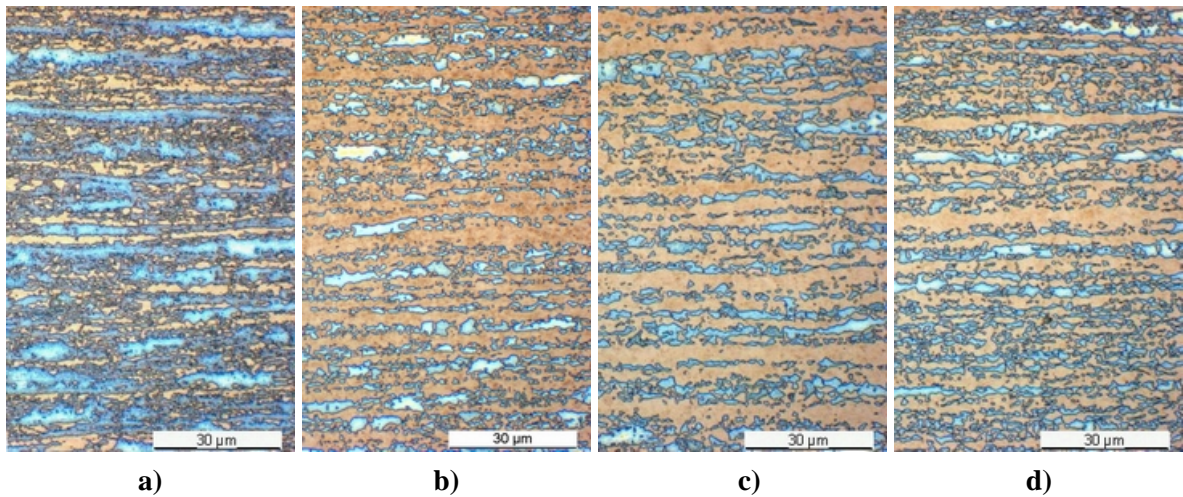


Abbildung 20. Einfluss der Haltezeit t_{IK} auf das Gefüge nach interkritischer Glühung im Glüh Simulator, Variante B+Cr; $T_{IK} = 800\text{ °C}$; (Ferrit: blau; Martensit: braun)
a) 0 s; b) 60 s; c) 120 s; d) 240 s

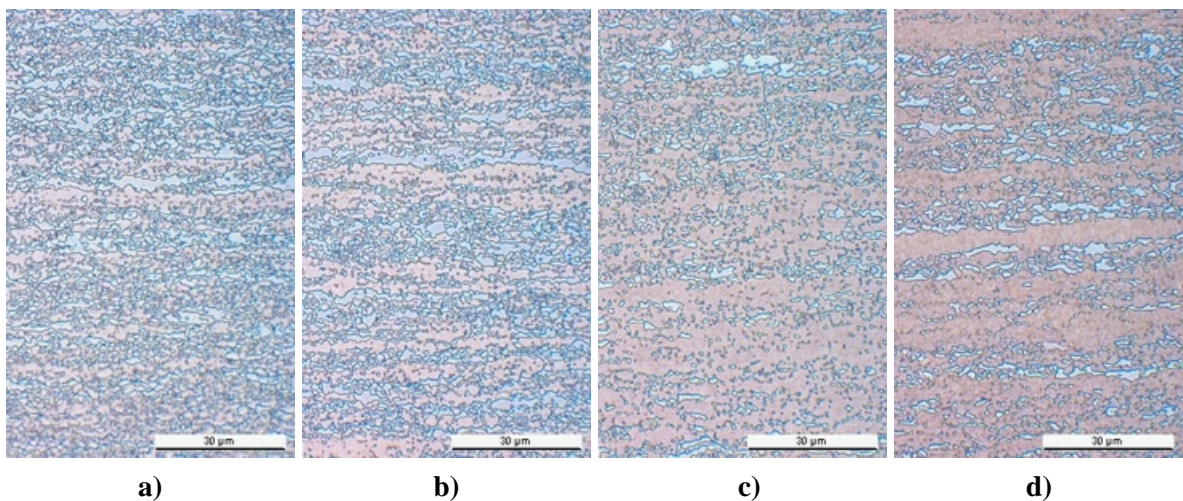


Abbildung 21. Einfluss der Haltetemperatur T_{IK} auf das Gefüge nach interkritischer Glühung im Glüh Simulator, Variante Mo-1; $t_{IK} = 60\text{ s}$; (Ferrit: blau; Martensit: rosa)
a) 780 °C; b) 800 °C; c) 820 °C; d) 840 °C

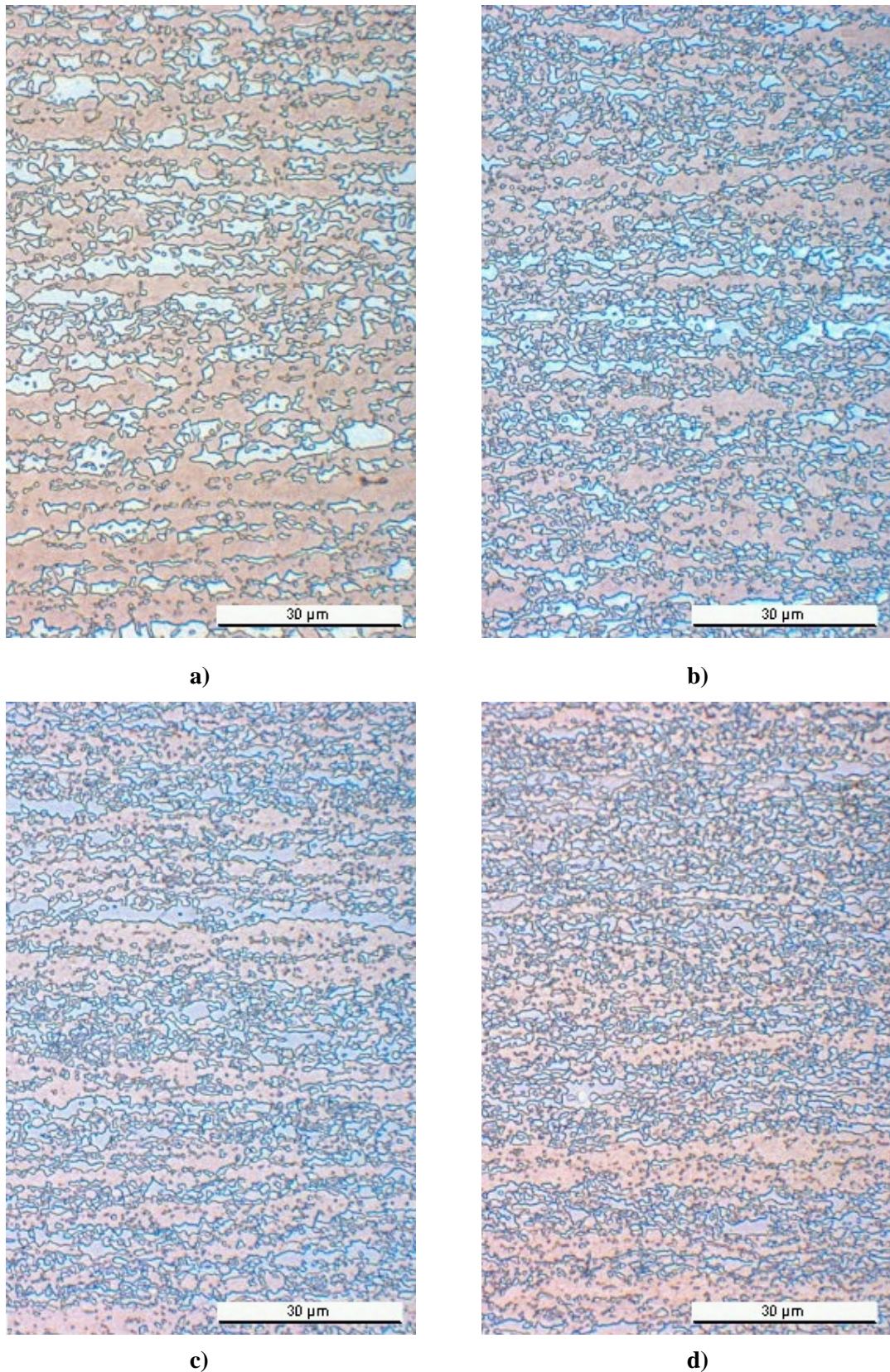


Abbildung 22. Gefüge nach interkritischer Glühung im Glöhsimulator ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$)
 (Ferrit: blau; Martensit: braun bzw. rosa)
 a) Basis; b) Mo-1; c) Mo-2; d) Mo+Nb

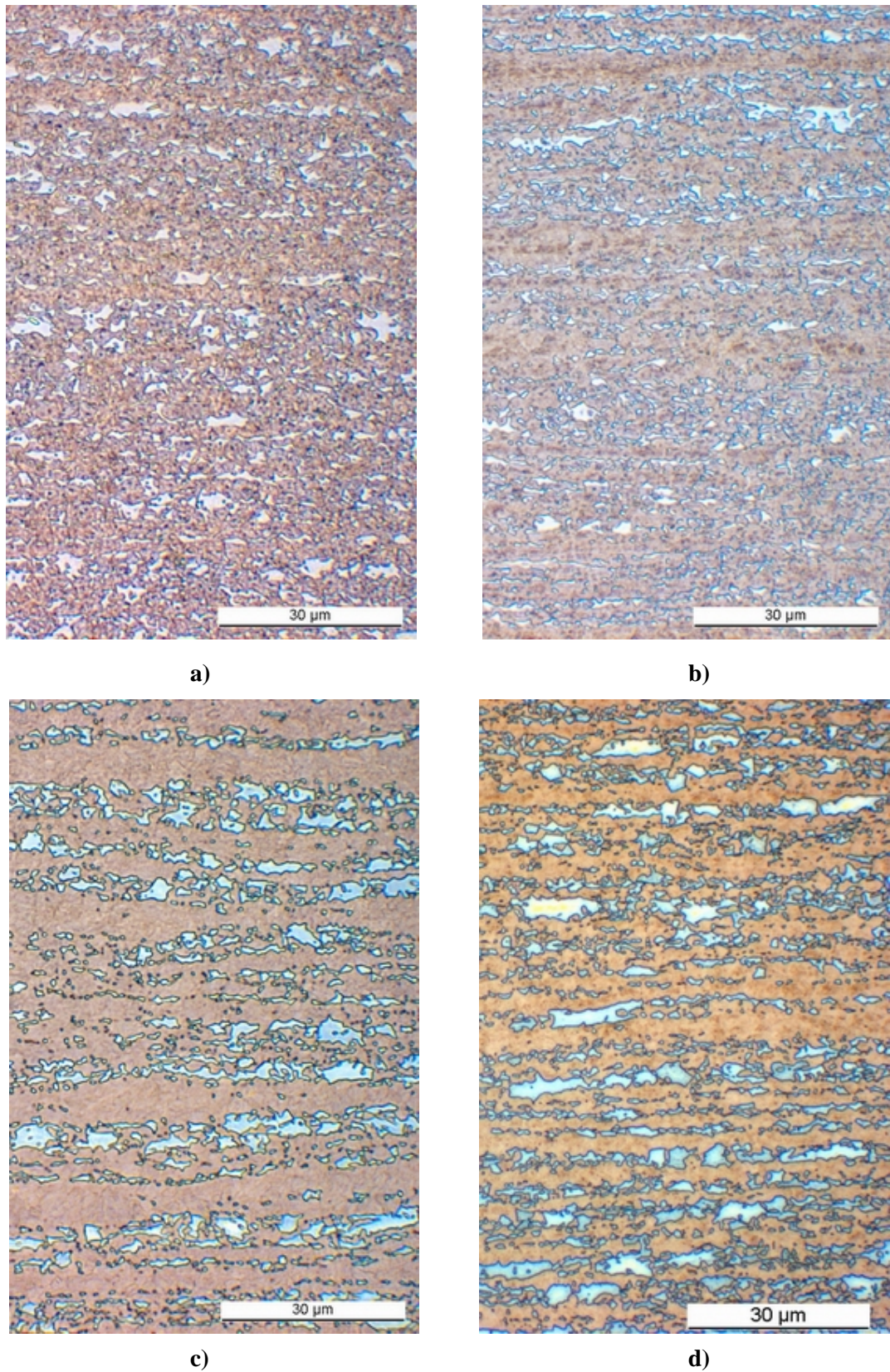


Abbildung 23. Gefüge nach interkritischer Glühung im Glüh Simulator ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$)
 (Ferrit: blau; Martensit: braun bzw. rosa)
a) Ni-1; b) NiCu; c) Ni-2; d) B+Cr

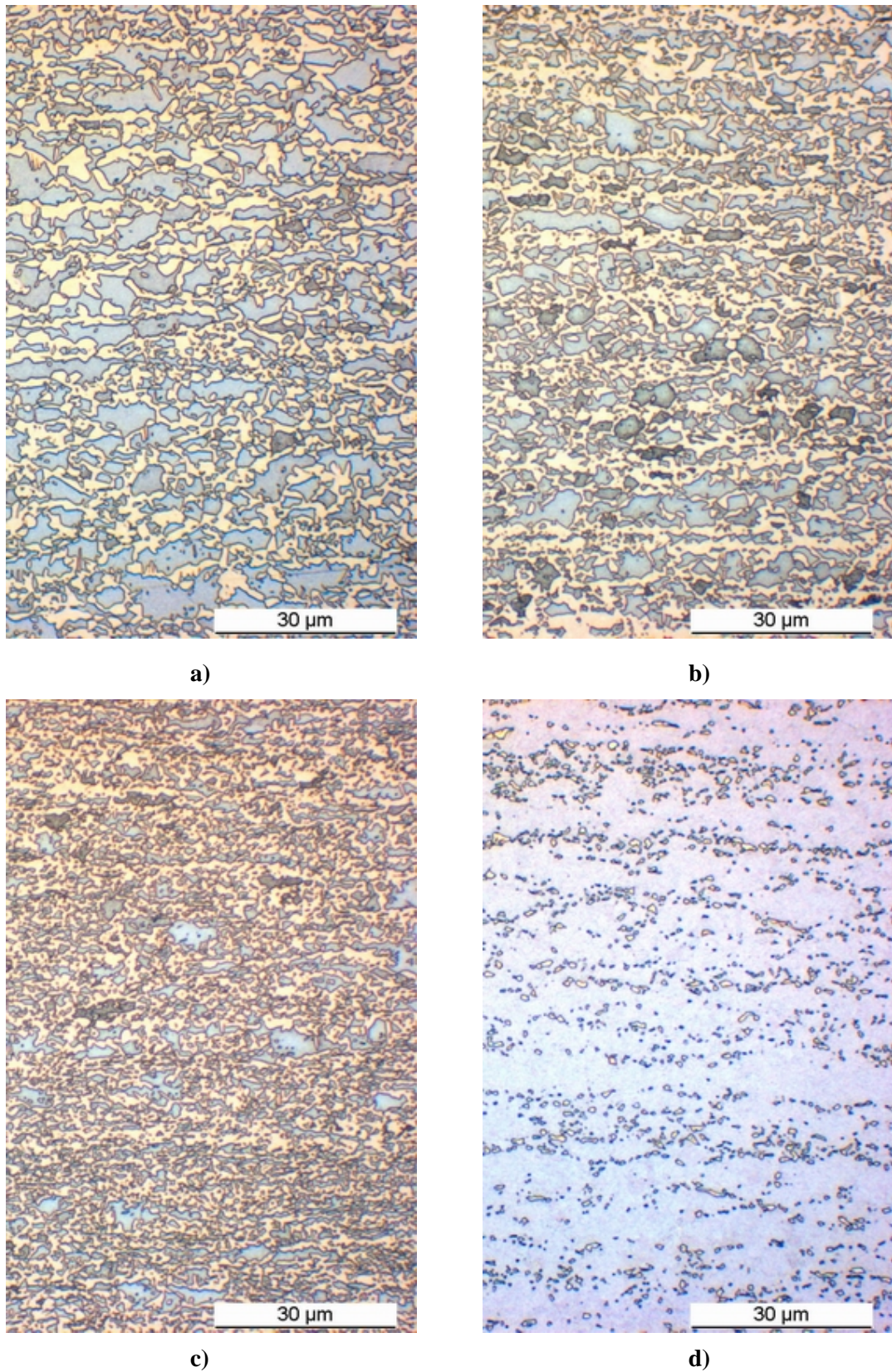


Abbildung 24. Gefüge nach interkritischer Glühung im Glüh Simulator ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$)
 (Ferrit: grau-blau; Martensit: hellgelb bzw. blau-rosa)
a) SiMn-1; b) SiMn-2; c) SiMn-3; d) B+Mn

7.2.1 Einfluss der interkritischen Glühtemperatur auf die mechanischen Eigenschaften nach Overagingbehandlung

Für die Legierungsvarianten der **Nickel-Kupfer-Chrom-Serie** wurde der Einfluss der Glühtemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet auf die mechanischen Eigenschaften nach der Overagingbehandlung untersucht. Hierzu wurden Proben im MULTIPAS-Glühsimulator bei verschiedenen Temperaturen (780 °C; 800 °C; 820 °C; 840 °C) jeweils 60 Sekunden lang geglüht und dann mit 10 bzw. 50 K/s auf 400 °C abgekühlt und dort 480 Sekunden lang gehalten (Abbildung 25).

Im Fall von Legierung Ni-1 steigt die Streckgrenze für beide Zwischenkühlraten mit sinkender interkritischer Glühtemperatur leicht an, während die Zugfestigkeit keinem eindeutigen Trend folgt. Die Dehnungswerte nach schneller Zwischenkühlung sind bei Haltetemperaturen oberhalb von 780 °C mit 19.7 % bis 20.6 % ($R_{p0.2}$) bzw. 23.3 % bis 24 % (R_m) nahezu gleich hoch, bei Glühung bei 780 °C liegen sie mit 17.5 % bzw. 20.1 % etwas tiefer. Bei den Dehnungswerten nach langsamer Kühlung (10 K/s) fallen besonders die niedrige Gleichmaß- und Bruchdehnung bei $T_{IK} = 800$ °C auf, die wahrscheinlich daher rühren, dass die Werte für diese interkritische Glühtemperatur aus einer anderen Messreihe stammen als die Werte für die anderen untersuchten Temperaturen. Der Restaustenitgehalt der Probe Ni-1 scheint weniger auf die interkritische Glühtemperatur als auf die Kühlgeschwindigkeit zwischen dem Halten im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet und dem isothermen Halten in der Bainitstufe zu reagieren: nach schneller Zwischenkühlung (50 K/s) enthält sie etwas weniger Restaustenit als nach langsamerer Kühlung mit nur 10 K/s.

Die experimentellen Ergebnisse für die Legierung NiCu zeigen sowohl für die Streckgrenze als auch für die Zugfestigkeit einen Anstieg mit sinkender interkritischer Glühtemperatur, wobei die Streckgrenze nach langsamer Kühlung niedriger ist als nach schneller Kühlung, während sich die Zugfestigkeitswerte nach Anwendung der beiden Kühlraten kaum unterscheiden. Bemerkenswert ist außerdem der sehr hohe $R_{p0.2}$ -Wert für $T_{IK} = 840$ °C bei schneller Kühlung, besonders da die Dehnungswerte und der Restaustenitanteil für diese Bedingungen sehr niedrig sind. Bei interkritischer Glühung mit $T_{IK} \geq 800$ °C steigen die Werte für A_g und A_{80} bei schnellerer Kühlung mit sinkender Glühtemperatur, während sie bei Anwendung der langsameren Kühlrate mit abnehmendem T_{IK} sinken. Bei $T_{IK} = 780$ °C weisen beide Proben niedrigere Dehnungswerte auf als bei höheren Glühtemperaturen. Die Restaustenitanteile nehmen mit sinkender Halttemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet deutlich zu. Dabei liegen die Restaustenitgehalte für die schnelle Zwischenkühlung (50 K/s) etwas unter denen der langsamer gekühlten Proben.

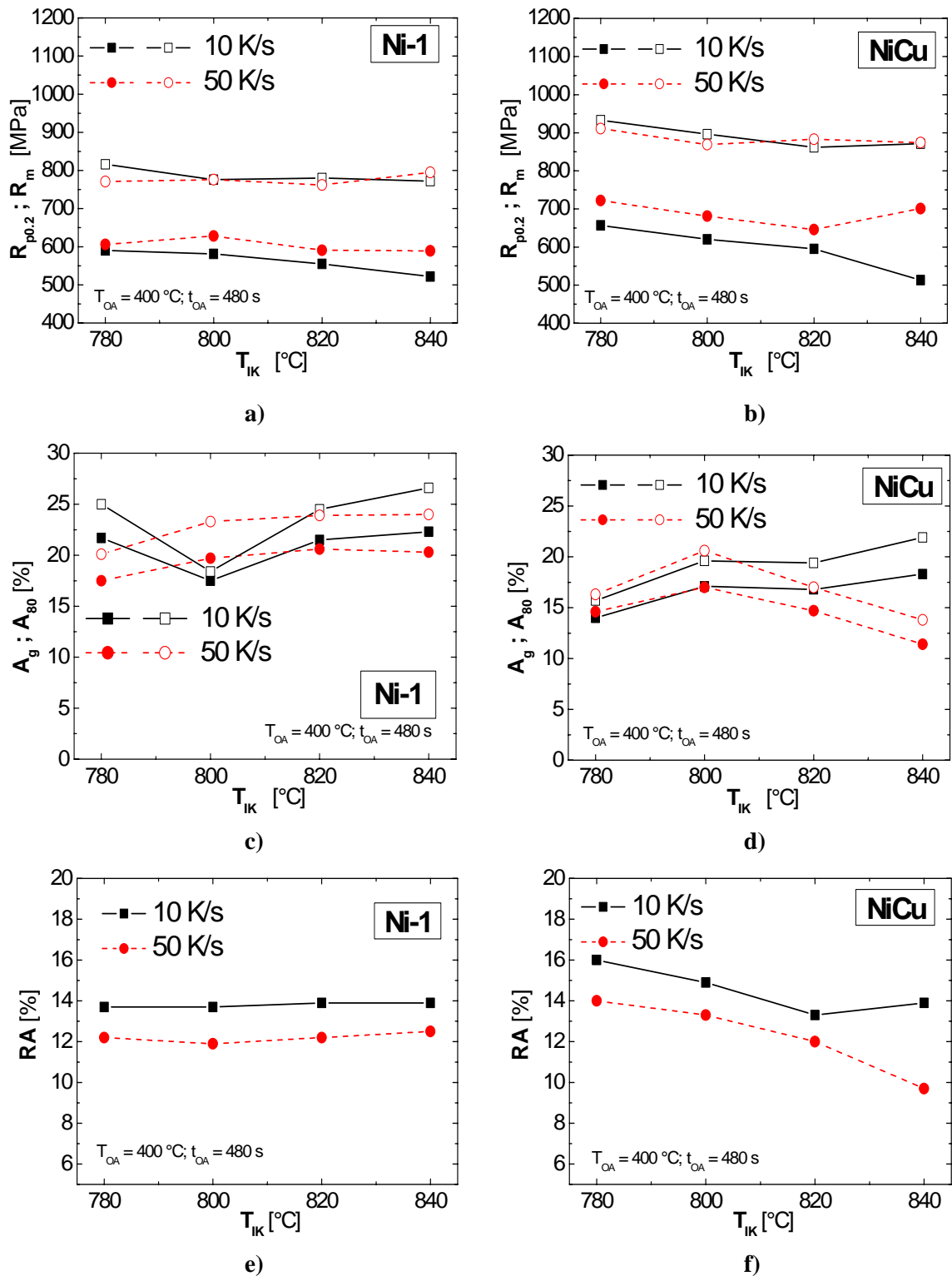


Abbildung 25. Einfluss der interkritischen Glühtemperatur T_{IK} auf die mechanischen Eigenschaften nach anschließender Overagingbehandlung ($T_{OA} = 400\text{ °C}$; $t_{OA} = 480\text{ s}$): Legierungen **Ni-1** und **NiCu**

7.3 Zwischenkühlung

Während der Abkühlung von der Glühtemperatur im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet auf die Overagingtemperatur finden für die resultierende Mikrostruktur und daher auch die mechanischen Eigenschaften des Kaltbandes ausschlaggebende Phasenumwandlungen statt.

Um die während dieser Zwischenglühung stattfindenden Prozesse zu studieren, wurden Versuche im Dilatometer mit verschiedenen Kühlraten nach interkritischer Glühung durchgeführt. Zusätzlich wurden die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften nach Simulation der interkritischen Glühung und anschließender Vor- bzw. Zwischenkühlung im MULTIPAS – Glühsimulator untersucht.

7.3.1 Dilatometrie: Abkühlung aus dem $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet

Die Ergebnisse der Abkühlversuche im Dilatometer zeigen für alle 3 **Mo-Varianten** Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb ein einheitliches Bild (siehe Abbildung 26): Die Umwandlung während der Abkühlung aus dem Zweiphasengebiet verläuft extrem langsam. In den meisten Δl vs. T – Kurven ist keine Abweichung vom linearen Verlauf der Längenänderung mit sinkender Temperatur bis zum Beginn der martensitischen Umwandlung erkennbar. Mit sinkenden Kühlraten wird allerdings der Start der Martensitbildung zu deutlich tieferen Temperaturen im Δl vs. T – Diagramm verschoben. Bei der schnellsten Kühlrate (50 K/s) ist bei allen drei molybdänhaltigen Schmelzen eine deutliche Änderung in der Steigung der Dilatometerkurve zu sehen, die jedoch nicht mit der Bildung von Ferrit zu erklären ist, da die Δl vs. T – Kurve wegen der Volumenzunahme bei einer solchen Phasenumwandlung flacher werden müsste. Im vorliegenden Fall wird die Δl vs. T – Kurve allerdings steiler. Von Kollegen durchgeführte Untersuchungen zu ähnlichen Fällen einer scheinbaren, sprunghaften Volumen- bzw. Längenabnahme bei rascher Abkühlung im Dilatometer, lassen darauf schließen, dass es sich hierbei um ein Messproblem (Temperaturgradient in der Probe aufgrund der hohen Kühlrate) handelt.

Kühlt man nach interkritischer Glühung (800 °C; 60 s) im Dilatometer Proben der **Legierungen Ni-1, NiCu, Ni-2 und B+Cr** mit verschiedenen Kühlraten auf Raumtemperatur ab, tritt bei allen Varianten und Abkühlgeschwindigkeiten bei ca. 740 – 760 °C ein Knick in der Δl vs. T – Kurve auf, der mit dem Curiepunkt in Zusammenhang steht.

Außerdem bildet sich - zusätzlich zur magnetischen Umwandlung im Temperaturbereich zwischen etwa 740 und 620 °C - zumindest bei niedrigen Kühlraten Ferrit (siehe Abbildung 27.b)).

Der Einfluss der Kühlratenvariation zwischen 2 und 50 K/s zeigt sich auch in der Verschiebung der Martensitstarttemperatur (siehe Abbildung 27.a)): Wie auch bei den Molybdän-Schmelzen beobachtet, kann sich im Fall der TRIP-Stähle mit Nickel/Kupfer- bzw. Chromanteilen bei höheren Kühlraten der Kohlenstoff nicht ausreichend im Austenit anreichern, wodurch der Austenit bereits bei höheren Temperaturen in Martensit umwandelt als bei langsamerer Abkühlung.

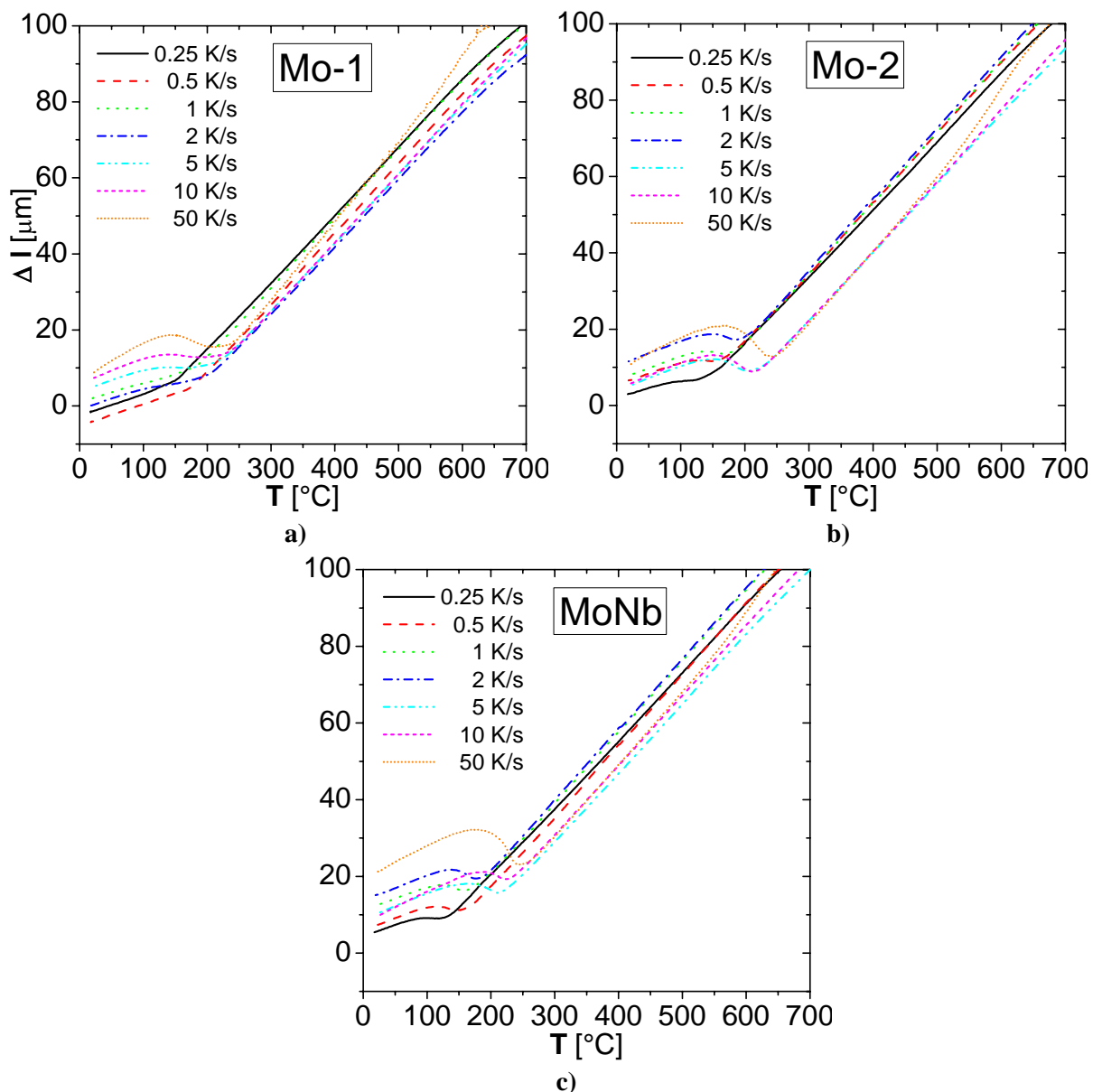


Abbildung 26. Einfluss der Kühlraten auf das Umwandlungsverhalten nach Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet ($T_{\text{IK}} = 800$ °C; $t_{\text{IK}} = 60$ s); **a) Mo-1; b) Mo-2; c) Mo+Nb**

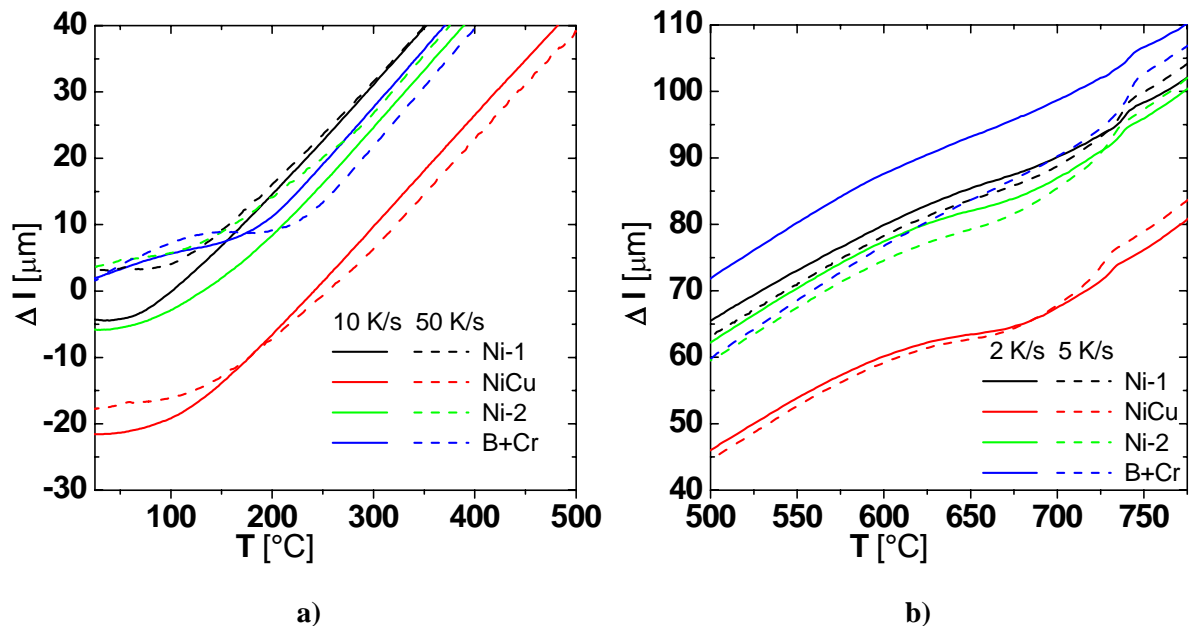


Abbildung 27. Dilatometer – Abkühlkurven nach interkritischer Glühung ($T_{\text{IK}} = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $t_{\text{K}} = 60 \text{ s}$) für Varianten **Ni-1**, **NiCu**, **Ni-2** und **B+Cr**

Wie die Δl vs. T – Kurven der Legierungen der Cu/Ni/Cr-Serie, verlaufen auch die Restaustenitgehalte in Abhängigkeit von der Kühlrate sehr ähnlich (siehe Abbildung 29.a)): Bei einer Steigerung der Kühlrate von 2 bis 10 K/s nimmt der Restaustenitgehalt in allen 4 Legierungen sehr schnell ab, die weitere Erhöhung der Kühlrate auf 50 K/s bewirkt eine geringe Abnahme des Restaustenitanteils. Während die Werte für die Varianten NiCu, Ni-2 und B+Cr im Bereich von 2 – 8 % liegen, weist die Legierung Ni-1 mit 0.4 – 0.7 % Ni einen auffallend hohen Restaustenitanteil von 8 – 14 % auf.

Legierungen SiMn-1 bis SiMn-3 und B+Mn: Ähnlich wie auch schon bei den ersten beiden Legierungsserien beschrieben, zeigen die Dilatometerkurven für die Abkühlung mit verschiedenen Kühlraten (2; 5; 10 und 50 K/s) nach der interkritischen Glühung ($T_{\text{IK}} = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $t_{\text{K}} = 60 \text{ s}$) im Bereich von ca. 650 bis 700 $^{\circ}\text{C}$ Abweichungen vom linearen Verlauf, die großteils durch den Curiepunkt bedingt sein dürften (Abbildung 28). Einzig bei Legierung SiMn-1 und den beiden niedrigsten Kühlraten kann man eventuell zusätzlich zur magnetischen eine weitere Phasen-Umwandlung erkennen (Abbildung 28.b)).

Bemerkenswert ist auch die steilere Steigung der Längenänderungskurve von Legierung B+Mn für alle Kühlraten. Ebenso wie bei den anderen Versuchsschmelzen wirkt sich die Kühlrate auf die Martensitstarttemperatur aus: M_s wird mit steigender Kühlrate zu deutlich höheren Temperaturen verschoben.

Auffallend ist die Änderung der Restaustenitgehalte nach der Wärmebehandlung im Dilatometer in Abhängigkeit von der Zwischenkühlrate (siehe Abbildung 29.b)): Die Varianten SiMn-2, SiMn-3 und B+Mn unterscheiden sich im Wesentlichen nur durch die Höhe des in den Dilatometerproben gemessenen Restaustenitanteils. Die Kurven verlaufen sehr ähnlich – mit steigender Kühlrate kann immer weniger Austenit gegen die thermische Martensitbildung bei der Abkühlung stabilisiert werden, wobei zu beachten ist, dass die Legierung, in der bei der Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet am meisten Austenit gebildet wird (B+Mn; siehe thermodynamische Berechnungen), am wenigsten Restaustenit enthält.

Dieser Umstand ist dadurch zu erklären, dass hier zwar interkritisch mehr Austenit gebildet wird, dieser aber einen deutlich geringeren Kohlenstoffgehalt, und damit eine ebenso geringe Stabilität gegenüber einer thermischen Martensitbildung während der abschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur, aufweist.

Völlig anders der Verlauf der Restaustenitkurve bei Stahl **SiMn-1**: Bei Kühlraten unter 10 K/s enthält die Probe nach der Dilatometermessung extrem wenig Restaustenit. Möglicherweise ist erst eine schnellere Abkühlung ($dT/dt \geq 10$ K/s) ausreichend, um Perlitbildung während der Zwischenkühlung zu vermeiden.

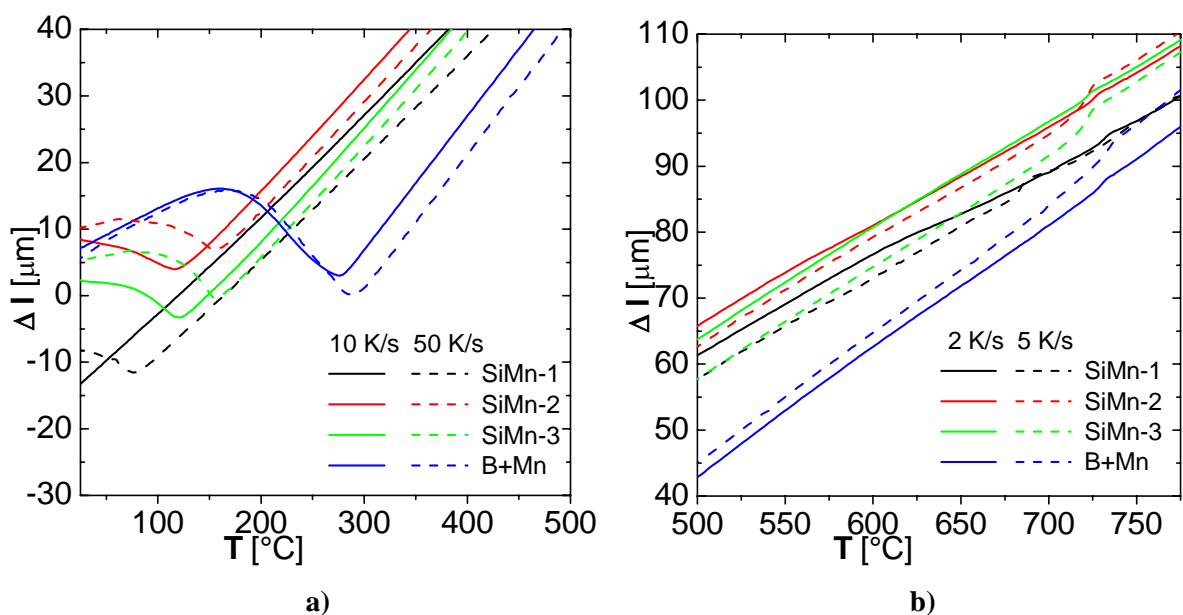


Abbildung 28. Dilatometer – Abkühlkurven nach interkritischer Glühung ($T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s) für Varianten **SiMn-1**, **SiMn-2**, **SiMn-3** und **B+Mn**
 a) 20 bis 500 °C; 10 bzw. 50 K/s; b) 500 bis 775 °C; 2 bzw. 5 K/s

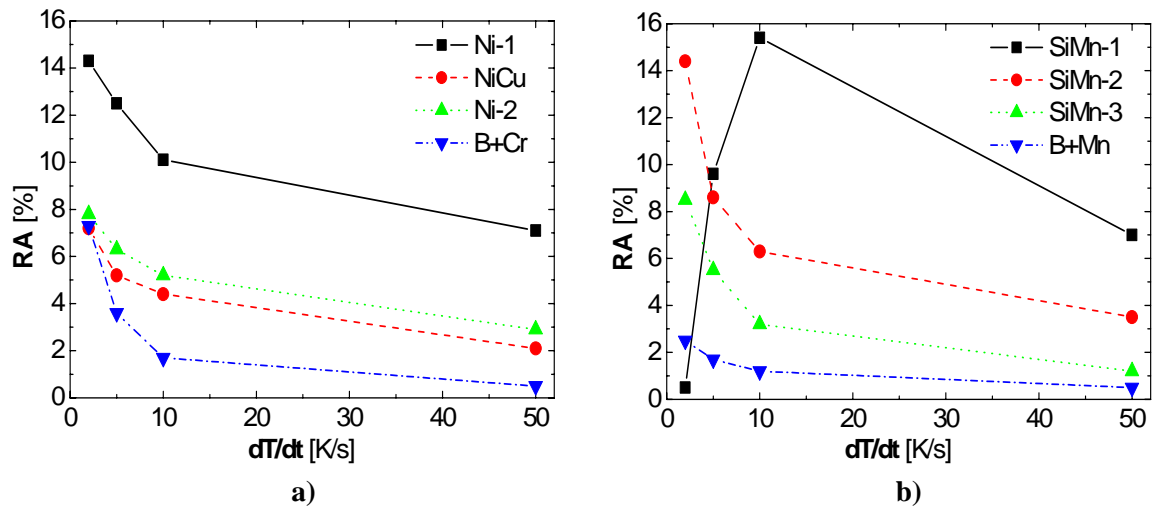


Abbildung 29. Restaustenitgehalte nach Abkühlung aus dem $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet ($T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s) mit verschiedenen Kühlraten

Die Gefügebilder der Proben von Stahl SiMn-1 nach Abkühlung mit den verschiedenen Kühlraten nach interkritischer Glühung im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet im Dilatometer (Abbildung 30) bestätigen diese Vermutung: Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit enthält das Gefüge weniger der feinen, braun-schwarzen Bereiche, bei denen es sich um Perlit handeln dürfte, und bis zu einer Kühlrate von 10 K/s immer mehr helle bzw. weiße Körner, wobei hier die rein optische Unterscheidung zwischen dem hellgelb bis hellbraun gefärbten Martensit und dem in der LePera-Ätzung weiß erscheinenden Austenit schwierig ist. Bei weiterer Erhöhung der Kühlgeschwindigkeit auf 50 K/s nimmt der Anteil der weißen Körner im Gefüge deutlich ab, und das Material enthält in Übereinstimmung mit dem Ergebnis der magnetischen Meßmethode weniger Restaustenit und mehr (deutlich hellbraunen) Martensit.

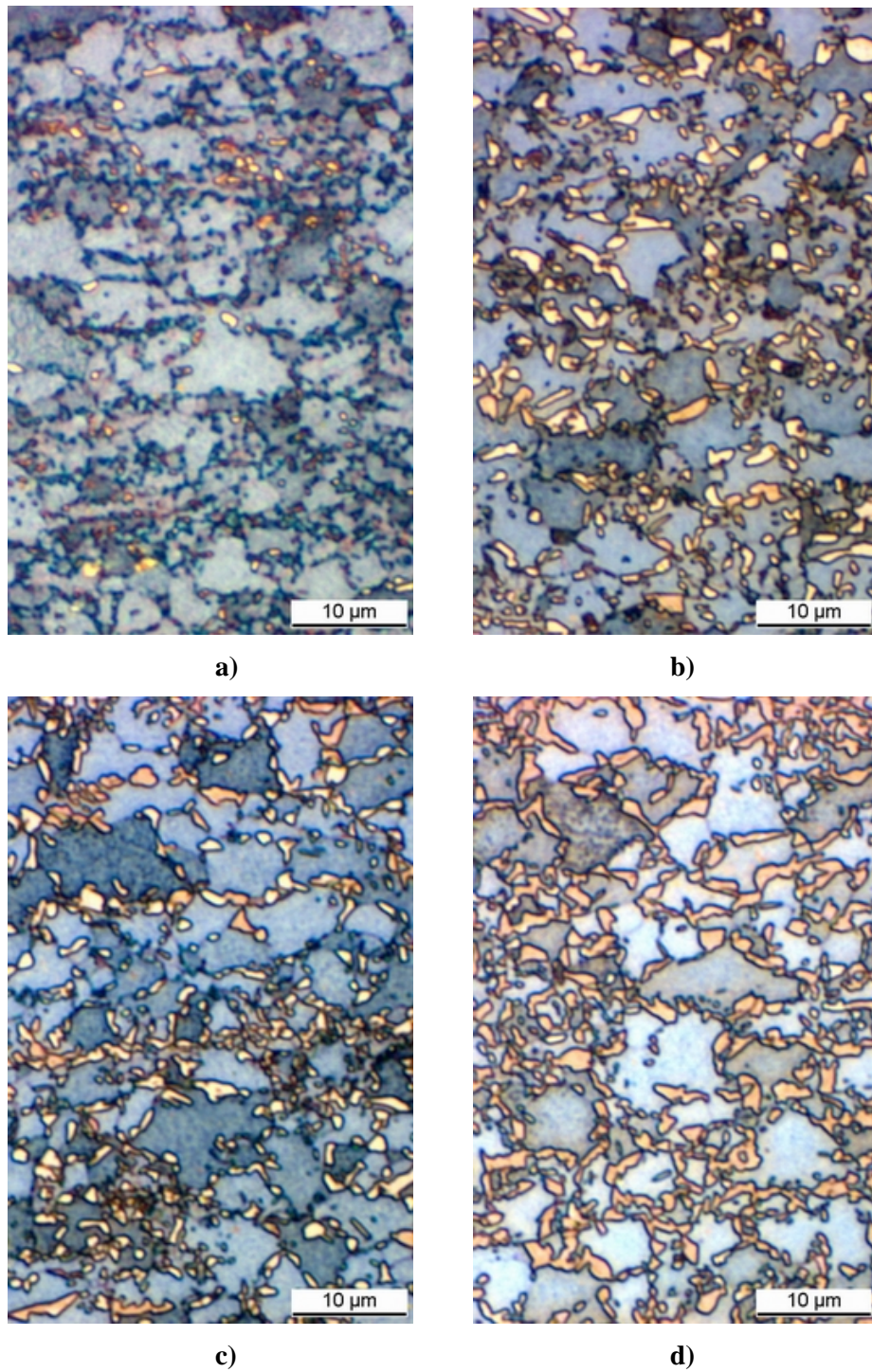


Abbildung 30. Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit nach interkritischer Glühung im Dilatometer ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) auf das Gefüge von Stahl SiMn-1;
a) 2 K/s; b) 5 K/s; c) 10 K/s; d) 50 K/s

7.3.2 Mechanische Eigenschaften nach Vor- bzw. Zwischenkühlung

Bei der großtechnischen Herstellung von TRIP-Stählen wird häufig vor der schnellen Abkühlung auf die Overagingtemperatur langsam bis auf ca. 700 bis 670 °C vorgekühlt, um durch Ferritbildung den Austenit mit Kohlenstoff anzureichern.

Um für die hier interessierenden Legierungen den eventuellen Einfluss einer solchen an die interkritische Glühung anschließenden langsamen **Vorkühlung** (vor der schnelleren Abkühlung auf die Overagingtemperatur) auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden mit Proben der **molybdänlegierten Varianten** Glühversuche mit verschiedenen Vorkühlraten ($dT/dt = 5; 10$ bzw. 50 K/s) und unterschiedlichen Abschrecktemperaturen ($T_{Ab} = 700$ °C bis 500 °C) durchgeführt.

Die Kühlrate hat im untersuchten Temperaturintervall nur geringen Einfluss auf Gleichmaß- und Bruchdehnung und den Restaustenitgehalt der Proben der **Mo- bzw. Mo/Nb-Varianten** (siehe Abbildung 31.b), d) und f) und Abbildung 32), während die Zugfestigkeit und die Streckgrenze mit höherer Vorkühlrate zunehmen. Auch die Änderung der Abschrecktemperatur hat nahezu keine Auswirkungen auf die Dehnungswerte und die Restaustenitgehalte. Die Werte für $R_{p0.2}$ und R_m hingegen sinken mit fallender Abschrecktemperatur. Nur bei langsamer Vorkühlung steigen bei den Legierungen mit $0.4 - 1.0$ % Molybdän („Mo-2“ und „Mo+Nb“) beide Festigkeitskennzahlen und die Dehnungswerte (A_g und A_{80}) bei der niedrigsten Abschrecktemperatur bereits wieder leicht an (Abbildung 31.c) bis f)).

Auffallend ist die Tatsache, dass **Mo+Nb** nicht fester ist als **Mo-2** ohne Niob.

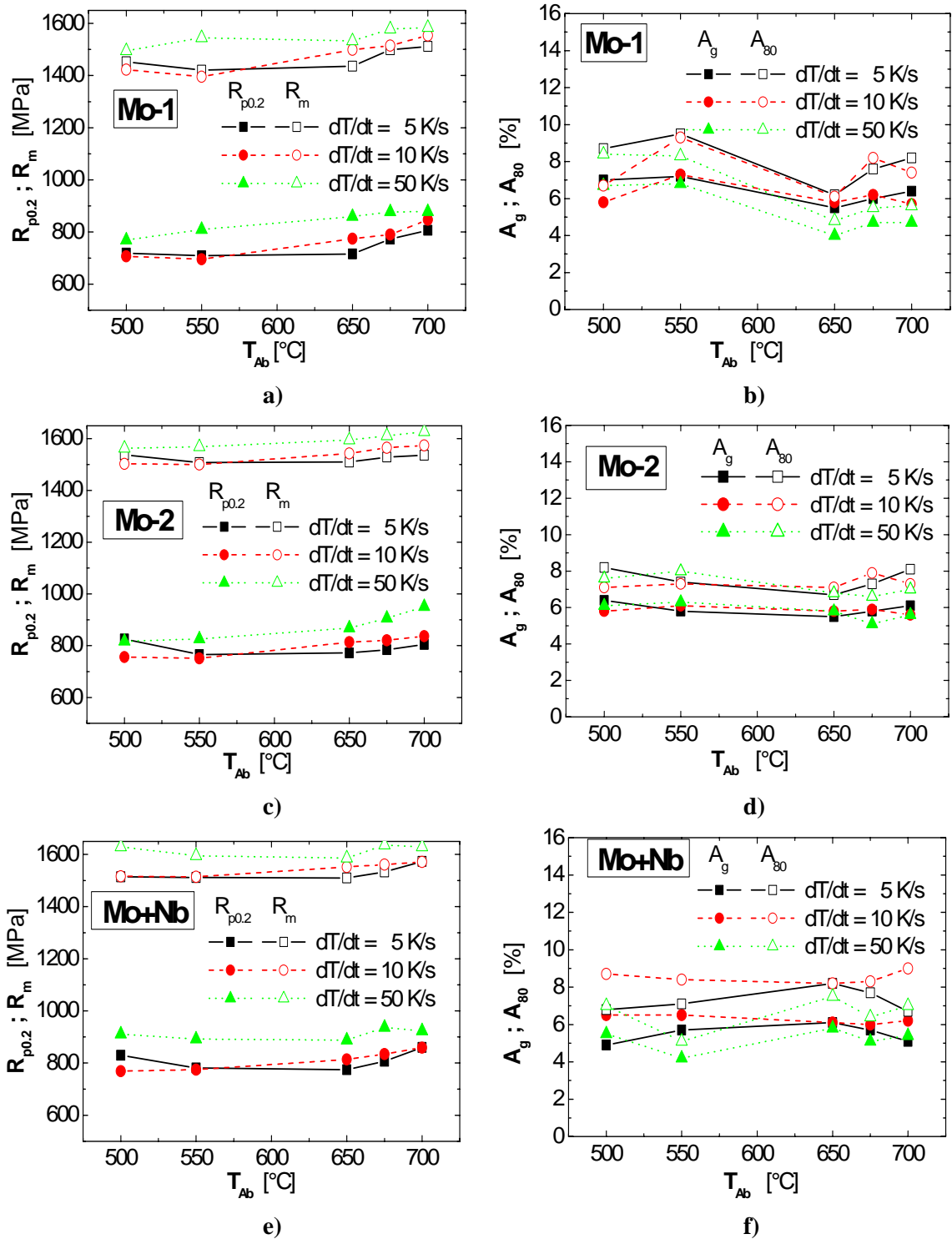


Abbildung 31. Einfluss der Abschrecktemperatur nach Vorkühlung mit verschiedenen Kühlraten (nach interkritischer Glühung: $T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s) auf die mechanischen Eigenschaften der Legierungen **Mo-1; Mo-2 und Mo+Nb**

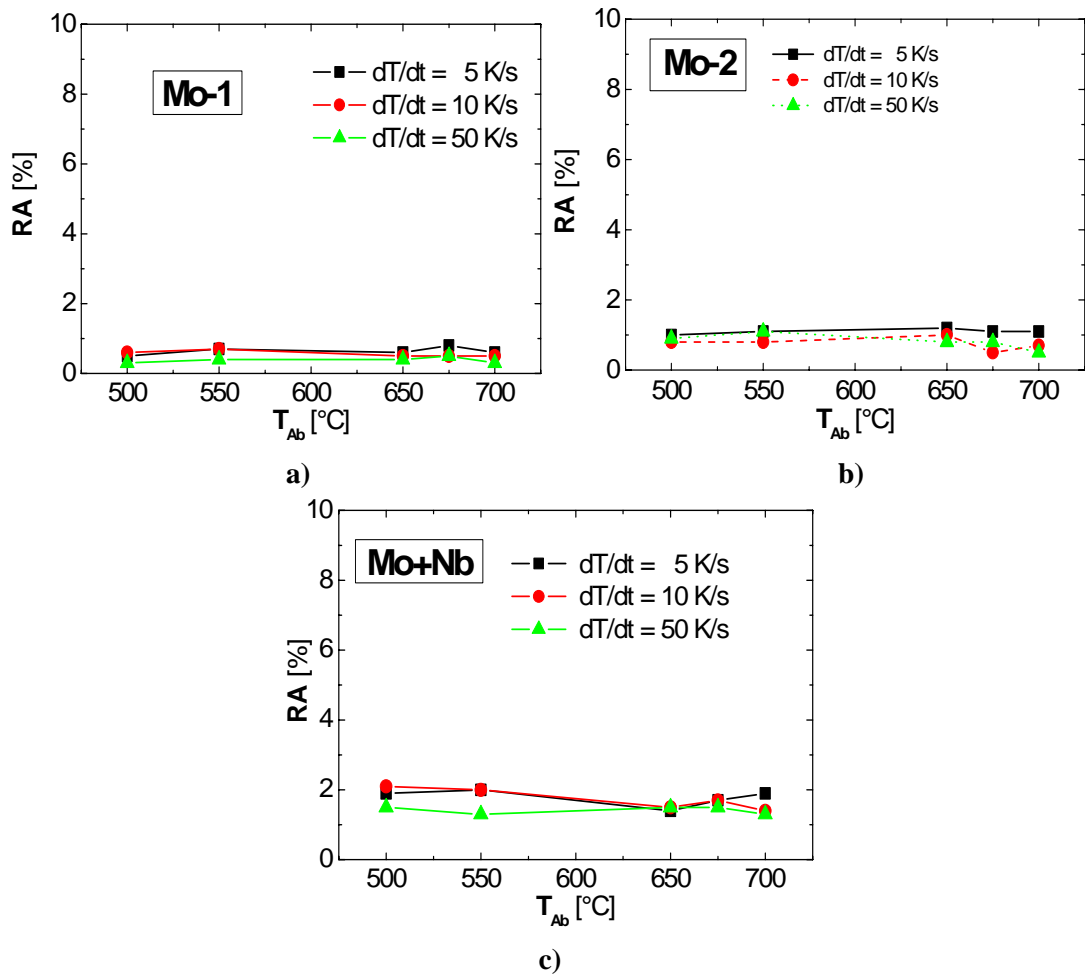


Abbildung 32. Einfluss der Abschrecktemperatur nach Vorkühlung mit verschiedenen Kühlraten (nach interkritischer Glühung: $T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s) auf die Restaustenitgehalte der Legierungen **Mo-1**; **Mo-2** und **Mo+Nb**

7.4 Overagingversuche

7.4.1 Dilatometrie – Ergebnisse der Overagingversuche

Die Anreicherung des Austenitits mit Kohlenstoff während der bainitischen Umwandlung in der Overagingzone ist ein entscheidender Schritt in der Herstellung niedrig legierter TRIP-Stähle. Daher wurden das Ausmaß und die Kinetik der in diesem Temperaturbereich stattfindenden Umwandlungsprozesse im Dilatometer untersucht. Bei jeweils gleichen Bedingungen für die interkritische Wärmebehandlung ($T_{IK} = 800\text{ °C}$; $t_{IK} = 60\text{ s}$), wurde die Längenänderung als Funktion der Overagingtemperatur und -zeit aufgenommen. Die Haltetemperatur beeinflusst das Umwandlungsverhalten (ein- oder zweistufiger Verlauf), die Menge des in Bainit umwandelnden Austenits und die Kinetik dieser Umwandlung.

Zusätzlich wurde auch noch die Kühlrate bis zur Overagingtemperatur variiert, da diese, wie bereits im Kapitel „Phasenumwandlungen während der Wärmebehandlung“ beschrieben, wesentlichen Einfluss auf die Phasenteile und den Kohlenstoffgehalt des Austenits im Ausgangsgefüge für das isotherme Halten hat.

Hierzu wurden Dilatometerproben mit verschiedenen Kühlraten unterschiedlich weit abgekühlt (genaue Bedingungen siehe jeweils bei den einzelnen Legierungsreihen) und auf dieser Temperatur 1800 s lang gehalten. Die gemessenen Längenänderungen wurden nach der im Kapitel „Experimentelles“ beschriebenen Methode normiert.

Basis-Legierung:

In Abbildung 33.a) bis c) sind die $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurven für die Basislegierung dargestellt. Nach der langsamsten Zwischenkühlung ($dT/dt = 5\text{ K/s}$) führt eine Erhöhung der Haltetemperatur zu einer Abnahme der transformierten Austenitmenge bei gleichzeitiger deutlicher Beschleunigung der Umwandlungskinetik. Während die Umwandlung bei einer Overagingtemperatur von 300 °C oder 350 °C auch nach 1800 s Haltezeit noch nicht vollständig ist, erreicht die $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurve bei 400 °C nach etwa 500 s ein Plateau, bei 425 °C ist die Umwandlung bereits nach ca. 250 s abgeschlossen. Annähernd dieselben Beobachtungen wurden auch für die nächsthöhere Zwischenkühlrate ($dT/dt = 10\text{ K/s}$) gemacht, wobei hier (außer für 350 °C) nur kürzere Haltezeiten von 1200 Sekunden untersucht wurden. Bei der schnellsten Zwischenkühlung (50 K/s) liegt die $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurve für 375 °C etwas über den Kurven für die anderen Overagingtemperaturen, und auch die Höhe der Längenänderungskurve für $T_{OA} = 350\text{ °C}$ ist deutlich größer als bei langsamerer Kühlung, was sich eventuell darauf zurückführen lässt, dass wegen der starken Unterkühlung durch die schnelle Abkühlung auf die beiden

niedrigsten Haltetemperaturen die Treibkraft für die Bainitbildung stärker erhöht wird, als wenn nur bis 400 °C abgekühlt wird.

Bei Overagingtemperaturen von 450 °C oder mehr verläuft die Bainitbildung für alle untersuchten Kühlraten in 2 Stufen, die als eine erste, schnelle Umwandlung bei kurzen Haltezeiten und eine darauf folgende, verzögerte zweite Umwandlung beschrieben werden können. Insgesamt wandelt mit zunehmender Zwischenkühlrate etwas mehr Austenit in Bainit um, was – wie im Kapitel „Experimentelles“ beschrieben – aus der Höhe der normalisierten Längenänderung geschlossen werden kann.

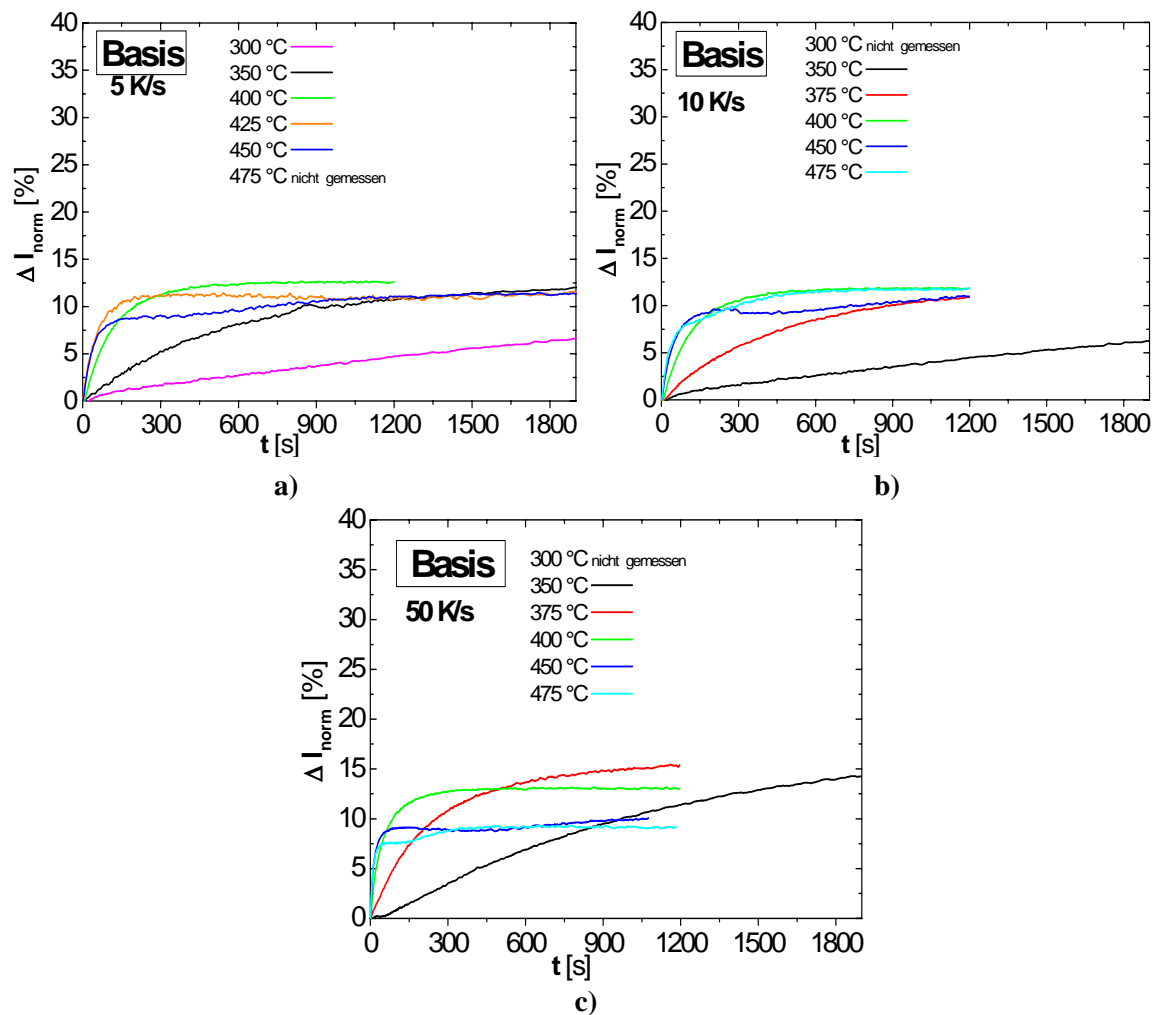


Abbildung 33. Overagingversuche im Dilatometer ($T_{\text{IK}} = 800 \text{ °C}$; $t_{\text{IK}} = 60 \text{ s}$): Einfluss der Zwischenkühlrate und der Haltetemperatur auf das Umwandlungsverhalten der Basislegierung

Molybdän- & Niob-Varianten :

Bei allen untersuchten Overagingtemperaturen (325 bis 450 °C) zeigt die Umwandlung während des isothermen Haltens nach einer Abkühlung mit 5 K/s einen einstufigen

Verlauf (siehe Abbildung 34.a) bis c)). Eine Temperaturerhöhung in diesem Temperaturintervall führt zu einer Abnahme der umwandelnden Austenitmenge bei gleichzeitiger deutlicher Beschleunigung der Umwandlungskinetik – während die Umwandlung bei Overaging-Temperaturen unterhalb von 400 °C auch nach 1200 s mit 15 % umgewandeltem Austenit noch nicht vollständig ist, scheint die normierte Längenänderung im Fall der Legierungsvariante Mo-1 (0.2 – 0.5 % Mo) bei 425 °C bereits bei einem Umwandlungsgrad von knapp 12 % auf ein Plateau zuzustreben. Für die Overagingbehandlung bei 450 °C liegt dieser Wert bei ca. 8.5 %, der allerdings schon etwas früher erreicht wird.

Bei den beiden Legierungen Mo-2 und Mo+Nb mit 0.4 – 1.0 % Molybdän verläuft die Umwandlung im Vergleich zur Basis extrem langsam, und auch die Menge des umwandelnden Austenits ist mit max. 5 – 6 % nach 1200 s sehr viel niedriger als im Fall der Basislegierung.

Bei den Overaging-Experimenten mit einer Zwischenkühlrate von nur 2 K/s wandelt auch bei der 0.2 – 0.5 % Mo-Variante nur mehr extrem wenig Austenit um (ohne Abbildung).

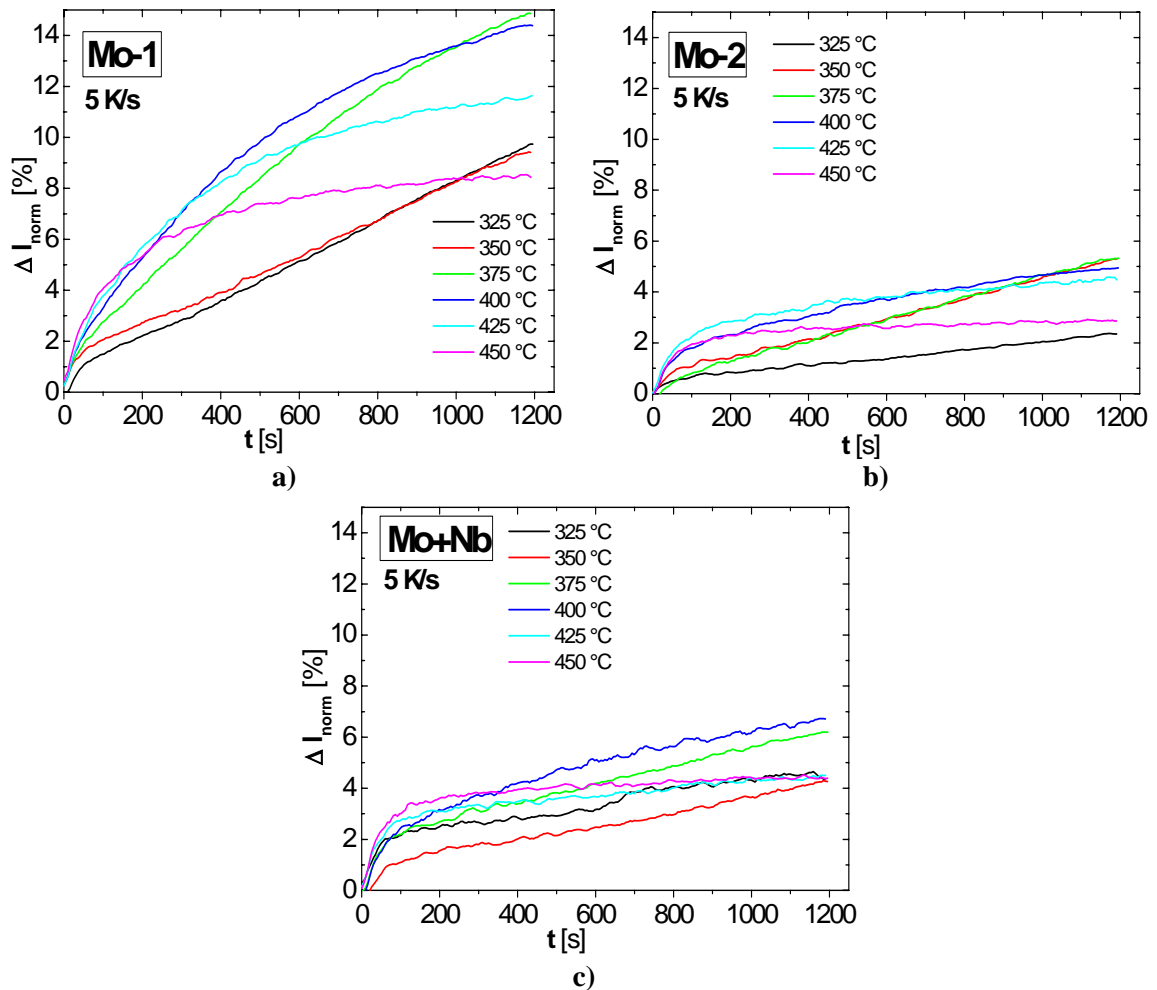


Abbildung 34. Overaging im Dilatometer ($T_{\text{IK}} = 800 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_{\text{IK}} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 5 \text{ K/s}$);
a) Mo-1; b) Mo-2 und c) Mo+Nb

Varianten mit Nickel, Kupfer bzw. Chrom:

Im Dilatometer wurden Overagingversuche mit 3 verschiedenen Zwischenkühlraten (5, 10 und 50 K/s) und 6 Overagingtemperaturen (350, 375, 400, 425, 450 und 475 °C) durchgeführt.

Ni-1: Bei allen untersuchten Zwischenkühlraten wandelt im Vergleich zur Basislegierung anteilmäßig deutlich mehr Austenit in Bainit um (Abbildung 35.a) bis c)).

$dT/dt = 5 \text{ K/s}$. Bei Overagingtemperaturen zwischen 350 °C und 425 °C zeigt die Umwandlung einen einstufigen Verlauf: Eine Erhöhung der Haltetemperatur in diesem Temperaturintervall führt zu einer Abnahme der transformierten Austenitmenge bei gleichzeitiger deutlicher Beschleunigung der Umwandlungskinetik. Während die Umwandlung bei einer Overagingtemperatur von 350 °C oder 375 °C auch nach 1800 s

Haltezeit noch nicht vollständig ist, ist sie bei 425 °C bereits nach knapp 400 s abgeschlossen.

Bei Overagingtemperaturen von 450 °C oder mehr verläuft die Bainitbildung in 2 Stufen, vergleichbar wie bei den molybdänlegierten Proben. Dabei ist der erste Umwandlungsschritt bei 450 °C nach etwa 450 s, und bei 475 °C bereits nach ca. 250 s abgeschlossen.

$dT/dt = 10 \text{ K/s}$. Bei der mittleren der untersuchten Kühlraten wandelt geringfügig mehr Austenit in Bainit um und die Umwandlung läuft etwas schneller ab als nach der Zwischenkühlung mit 5 K/s.

Bei $T_{OA} = 450 \text{ °C}$ wird offenbar nur sehr wenig Bainit gebildet. Ansonsten ist anzumerken, dass die umwandelnde Austenitmenge bei 475 °C deutlich höher ist als bei 450 °C, und sogar etwas höher als bei 400 bzw. 425 °C.

$dT/dt = 50 \text{ K/s}$. Nach der schnellsten Zwischenkühlung sind für Overagingtemperaturen zwischen 350 und 400 °C während des isothermen Haltens wieder sowohl die Kinetik als auch die umwandelnde Menge erhöht. Auffallend ist jedoch das Ergebnis, dass oberhalb von 400 °C nur mehr eine sehr geringe Bainitmenge gebildet wird, die deutlich unter den bei den niedrigeren Zwischenkühlraten umwandelnden Mengen liegt.

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer: Bei einer Zwischenkühlrate von 5 K/s ist der Restaustenitgehalt für Overagingtemperaturen von 350 bis 425 °C annähernd gleich hoch. Nach schnellerer Kühlung (10 bzw. 50 K/s) und anschließender Overagingbehandlung enthalten die Proben bei 350 °C und 375 °C etwas weniger Restaustenit als bei 400 °C und 425 °C. Insgesamt sind die Restaustenitanteile für die beiden niedrigeren Kühlraten (5 bzw. 10 K/s) etwa gleich hoch, während die mit 50 K/s abgekühlte Probe nach dem isothermen Halten etwas weniger Restaustenit aufweist.

Bei allen 3 untersuchten Zwischenkühlraten fällt der Restaustenitanteil oberhalb von 425 °C stark ab (Abbildung 35.d)).

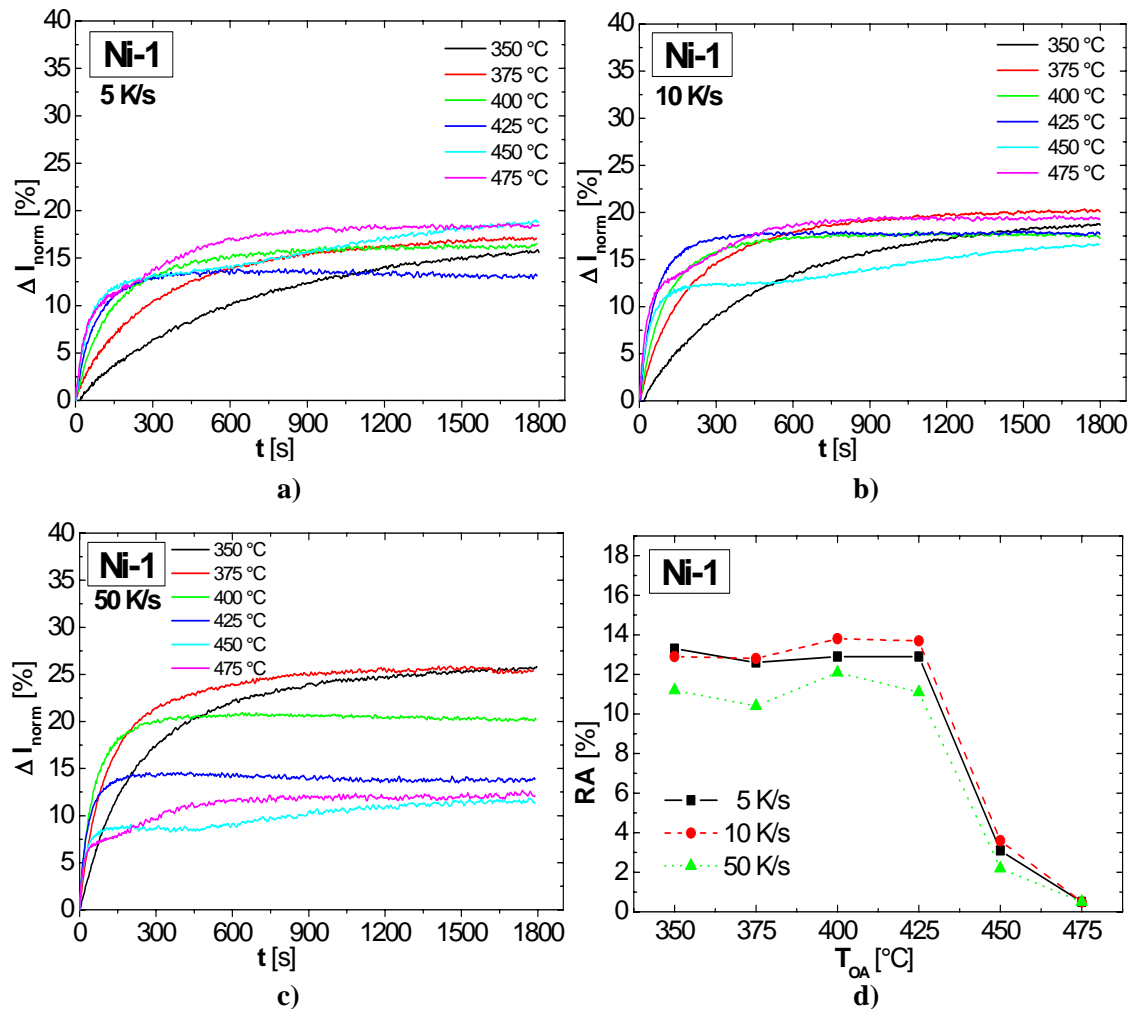


Abbildung 35. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss der Zwischenkühlrate und der Haltetemperatur auf das Umwandlungsverhalten und den Restaustenitgehalt von **Legierung Ni-1**

NiCu: Bei allen untersuchten Zwischenkühlraten wandelt im Vergleich zur Basislegierung anteilmäßig deutlich mehr Austenit in Bainit um (Abbildung 36.a bis c)).

$dT/dt = 5 \text{ K/s}$. Nach langsamer Zwischenkühlung mit 5 K/s zeigt Variante NiCu während des isothermen Haltens in der Bainitstufe ein sehr ähnliches Verhalten wie der Stahl Ni-1. Bei $T_{\text{OA}} = 350 \text{ °C}$ bis 400 °C verläuft die Umwandlung mit steigender Temperatur immer schneller, während gleichzeitig die gebildete Bainitmenge abnimmt. Bei $T_{\text{OA}} = 425 \text{ °C}$ scheint die Umwandlung stark verzögert – sie verläuft deutlich langsamer und erreicht nur einen deutlich geringeren umgewandelten Austenitanteil.

Ab $T_{\text{OA}} = 450 \text{ °C}$ verläuft die Umwandlung in 2 Stufen. Im zweiten, mit Karbidausscheidung verbundenen, Schritt wandelt deutlich mehr Austenit in Bainit um als bei den einstufigen Umwandlungen bei niedrigeren Overagingtemperaturen.

Im Vergleich mit Legierung Ni-1 wird ein etwas geringerer Anteil des Austenits in Bainit umgewandelt, außerdem läuft die Bainitbildung langsamer ab.

$dT/dt = 10 \text{ K/s}$. Auch bei Anwendung der mittleren Zwischenkühlrate unterscheiden sich die $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurven der NiCu-Probe nur geringfügig von denen der Ni-1-Probe: Wieder wird etwas weniger und langsamer Bainit gebildet. Außerdem ist ähnlich wie bei Variante Ni-1 die Bainitbildung bei $T_{\text{OA}} = 450 \text{ °C}$ stark verzögert

$dT/dt = 50 \text{ K/s}$. Bei schneller Zwischenkühlung (50 K/s) führt die Erhöhung der Haltetemperatur zu einer Abnahme der transformierten Austenitmenge bei gleichzeitiger deutlicher Beschleunigung der Umwandlungskinetik. Ab $T_{\text{OA}} = 450 \text{ °C}$ sind deutlich 2 Stufen im Verlauf der Bainitbildung erkennbar, die insgesamt gebildete Bainitmenge bleibt auch nach dem zweiten Umwandlungsschritt deutlich unter der bei Overagingtemperaturen von 400 °C oder weniger umgewandelten Austenitmenge. Die Bainitbildung ist gegenüber der Variante Ni-1 beim isothermen Halten in der Bainitstufe nach der schnellen Zwischenkühlung nur geringfügig verzögert bzw. die gebildete Bainitmenge nur etwas niedriger.

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer: Bei einer Zwischenkühlrate von 5 bzw. 10 K/s ist der Restaustenitgehalt für Overagingtemperaturen von 350 bis 400 °C etwa gleich hoch, im Fall der niedrigsten Kühlrate fällt er bei 425 °C bereits leicht ab, während er bei der mittleren Kühlrate bei $T_{\text{OA}} = 425 \text{ °C}$ sogar noch etwas ansteigt. Nach schnellerer Kühlung (50 K/s) und anschließender Overagingbehandlung enthalten die Proben im Temperaturintervall von 350 bis 425 °C etwas weniger Restaustenit als bei langsamerer Zwischenkühlung.

Bei allen 3 untersuchten Zwischenkühlraten fällt der Restaustenitanteil oberhalb von 425 °C stark ab, wobei der besonders niedrige Restaustenitgehalt bei einer Kühlrate von 50 K/s und $T_{\text{OA}} = 450 \text{ °C}$ auffällt.

Insgesamt ist der Restaustenitgehalt der Proben der Variante NiCu um etwa 2 % höher als bei Variante Ni-1 (Abbildung 36.d)).

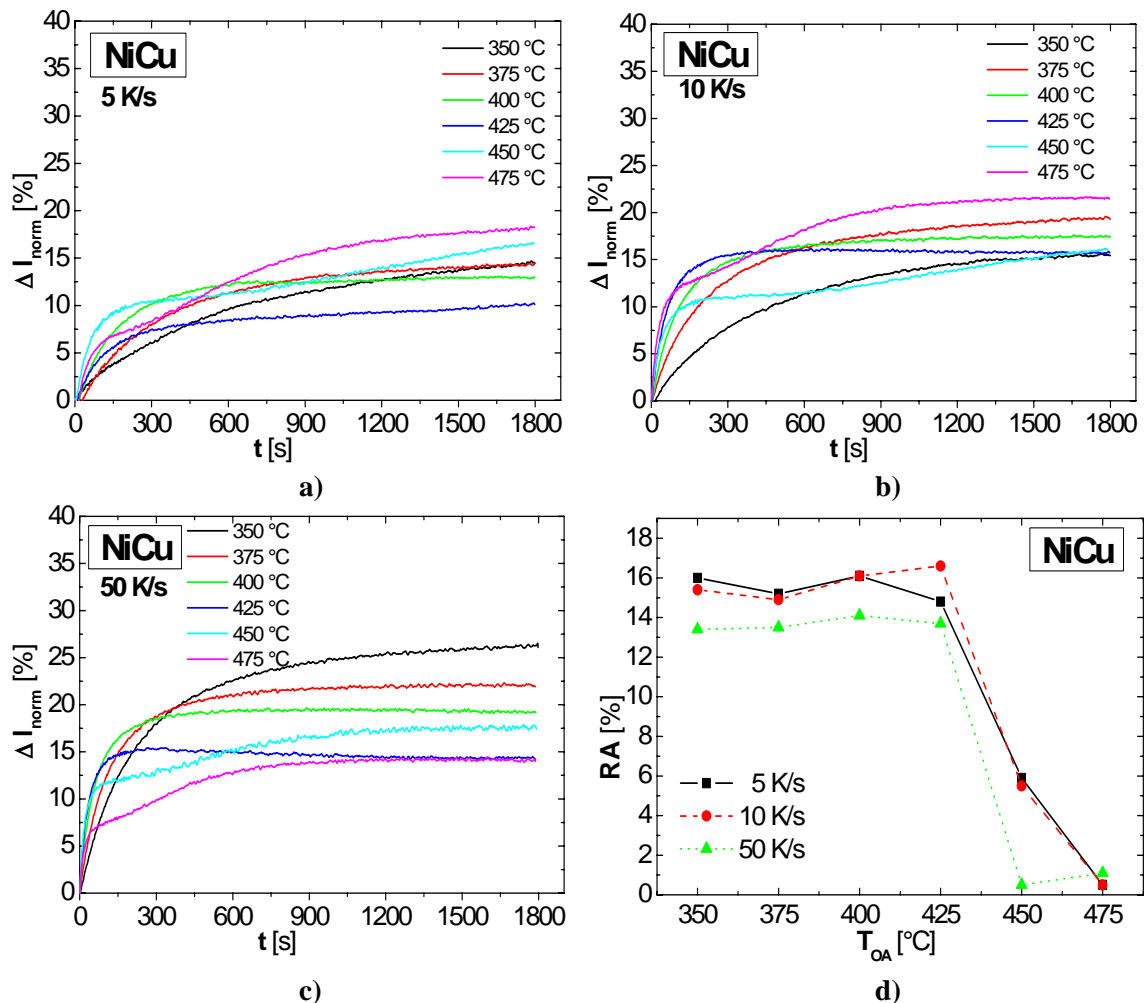


Abbildung 36. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss der Zwischenkühlrate und der Haltezeittemperatur auf das Umwandlungsverhalten und den Restaustenitgehalt von Legierung NiCu

Ni-2:

Bei allen untersuchten Zwischenkühlraten wandelt im Vergleich zur Basislegierung anteilmäßig deutlich mehr Austenit in Bainit um (Abbildung 37.a) bis c)).

$dT/dt = 5 \text{ K/s}$. Die $\Delta I_{\text{normiert}}$ vs. t – Kurven verlaufen nahezu gleich wie bei Stahl NiCu, auch die Kinetik der Umwandlung und die gebildete Bainitmenge sind nahezu gleich.

$dT/dt = 10 \text{ K/s}$. Bei einer Zwischenkühlung mit 10 K/s und anschließendem isothermen Halten wandelt dagegen deutlich mehr Austenit in Bainit um als bei Legierung NiCu. Bei $T_{\text{OA}} = 450 \text{ °C}$ ist die Umwandlung – ähnlich wie bei Variante NiCu – verzögert.

$dT/dt = 50 \text{ K/s}$. Auch bei der schnellsten Zwischenkühlung wird in kürzerer Zeit mehr Bainit gebildet als bei den Legierungen Ni-1 und NiCu bei der gleichen Kühlrate.

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer:

Die Kurven im *Restaustenit vs. dT/dt* -Diagramm verlaufen ebenfalls für alle 3 Kühlraten parallel (Abbildung 37.d): Von 350 bis 425 °C nehmen mit steigender Overagingtemperatur die Restaustenitgehalte für alle drei Zwischenkühlrate zu. Dabei weisen die am langsamsten abgekühlten Proben den höchsten Restaustenitgehalt auf, die mittlere Kühlrate (10 K/s) führt zu geringfügig niedrigeren Austenitanteilen.

Die mit 50 K/s am schnellsten abgekühlten Dilatometerproben weisen bei Overagingtemperaturen bis 425 °C deutlich geringere Austenitanteile auf.

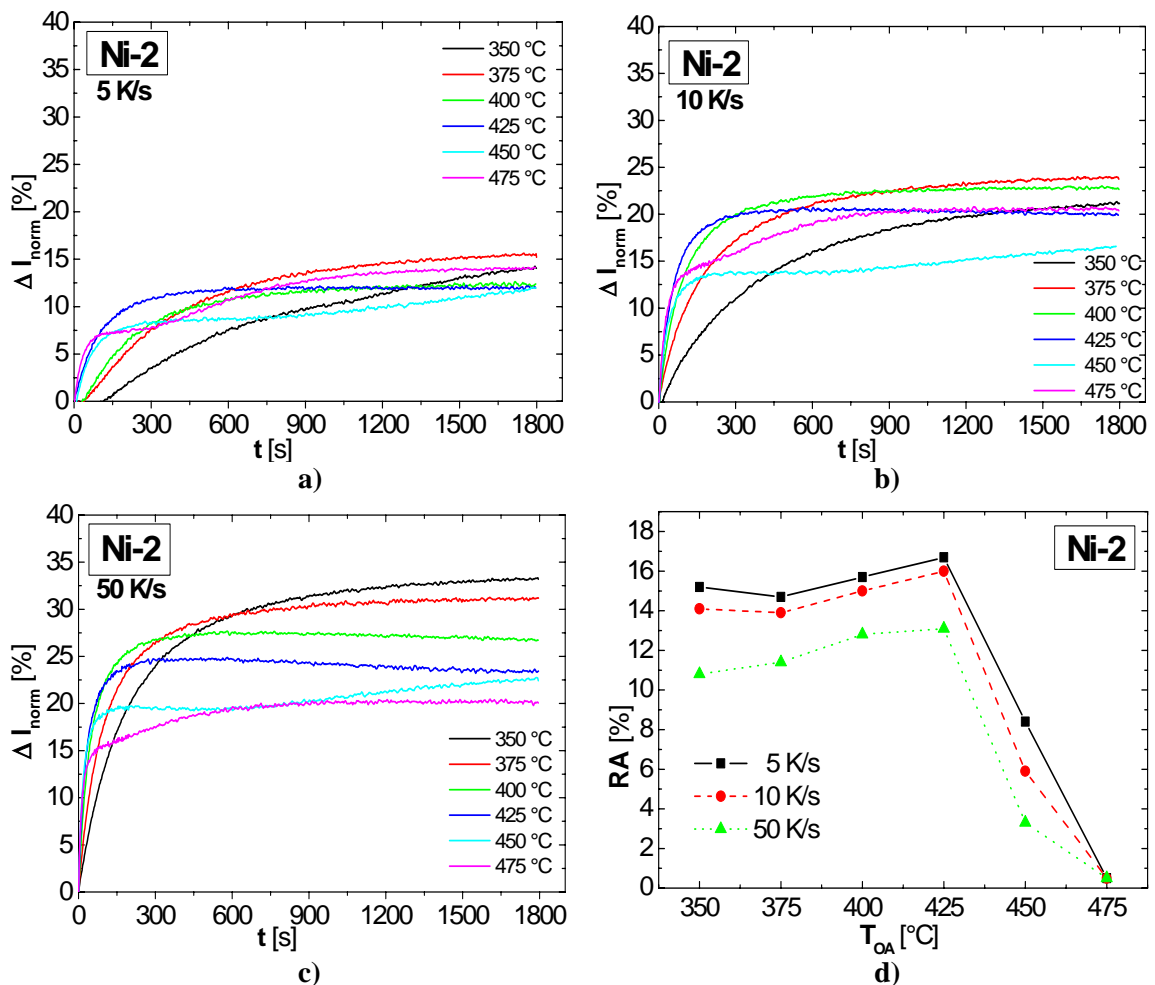


Abbildung 37. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss von Zwischenkühlrate und Halte-temperatur auf Umwandlungsverhalten u. Restaustenitgehalt von **Legierung Ni-2**

B+Cr: Bei allen untersuchten Zwischenkühlraten wandelt im Vergleich zur Basislegierung anteilmäßig deutlich mehr Austenit in Bainit um.

$dT/dt = 5 \text{ K/s}$. Nach der niedrigsten verwendeten Kühlrate (5 K/s) ist die Bainitbildung während des isothermen Haltens extrem verzögert (Abbildung 38.a)).

$dT/dt = 10 \text{ K/s}$. Kühlt man dagegen mit 10 K/s auf die Overagingtemperatur ab, wandelt deutlich mehr Austenit um. Bei 350 °C verläuft die Umwandlung relativ langsam und ist auch nach 1800 s noch nicht abgeschlossen. Die Erhöhung der isothermen Haltetemperatur auf 375 °C bewirkt eine Beschleunigung der Umwandlung. Wird die Overagingtemperatur weiter gesteigert, wird zwar die Bainitbildung ebenfalls beschleunigt, aber es wandelt nur mehr weniger Austenit in Bainit um – hier steht die schnellere Kinetik einer sinkenden Treibkraft für die Umwandlung gegenüber.

Bei den höchsten untersuchten Haltetemperaturen (450 und 475 °C) wird extrem wenig Bainit gebildet: Die $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurven erreichen schon nach kurzer Haltedauer ein Plateau bei ca. 6% umgewandelter Austenitmenge, es bleibt trotz der hohen Temperaturen beim einstufigen Verlauf (Abbildung 38.b)).

$dT/dt = 50 \text{ K/s}$. Beim isothermen Halten nach der schnellsten Zwischenkühlung ($dT/dt = 50 \text{ K/s}$) wandelt vor allem bei niedrigeren Overagingtemperaturen im Vergleich mit den Nickel- und Kupfer-Varianten am meisten Austenit in Bainit um.

Bei den höheren Overagingtemperaturen (425 bis 475 °C) wird jedoch relativ zu den niedrigen Haltetemperaturen wenig Bainit gebildet (Abbildung 38.c)).

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer:

Bei den beiden niedrigeren Zwischenkühlraten nimmt der Restaustenitgehalt mit steigender Overagingtemperatur ab, wobei die Proben nach der Zwischenkühlung mit 5 K/s bei Temperaturen zwischen 350 und 400 °C deutlich niedrigere Restaustenitanteile aufweisen. Bei hohen Overagingtemperaturen ($T_{\text{OA}} = 450$ bzw. 475 °C) enthalten die langsam gekühlten Proben jedoch mehr Restaustenit als die schneller zwischengekühlten. Bei der schnellsten Zwischenkühlrate führen Haltetemperaturen von 350 bzw. 375 °C zu deutlich niedrigeren Restaustenitanteilen als 400 bzw. 425 °C . Bei noch höheren Overagingtemperaturen fällt der Restaustenitanteil stark ab (Abbildung 38.d)).

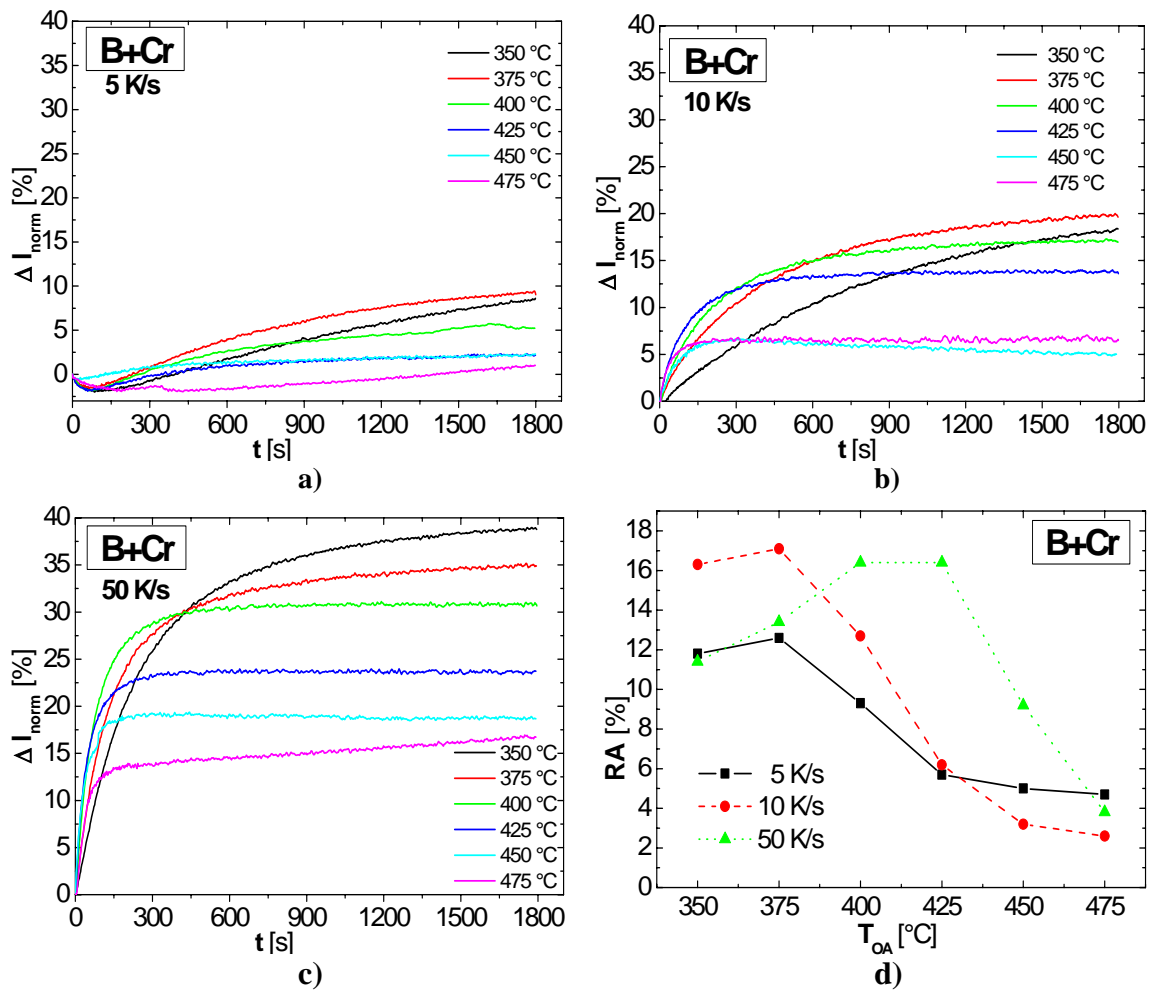


Abbildung 38. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss von Zwischenkühlrate und Haltetemperatur auf Umwandlungsverhalten und Restaustenitgehalt von Legierung B+Cr

Legierungsvarianten SiMn-1 bis B+Mn:

Die Dilatometerversuche zum Umwandlungsverhalten der Stähle SiMn-1 bis SiMn-3 während der Overagingbehandlung mit einer **Kühlrate von 10 K/s** zwischen der Glühung im Zweiphasengebiet und dem isothermen Halten ergeben die in Abbildung 39.a) bis c) dargestellten $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurven: Bei allen drei SiMn-Varianten fällt auf, dass bei 450 °C die umwandelnde Austenitmenge relativ zu den übrigen Overagingtemperaturen sehr niedrig ist. Beim isothermen Halten bei Temperaturen zwischen 350 und 425 °C nimmt mit steigender Temperatur die gebildete Bainitmenge bei gleichzeitig beschleunigter Kinetik ab. Bei $T_{\text{OA}} = 475$ °C wandelt wieder deutlich mehr Austenit um als bei 450 °C.

Bei den bei den Legierungen mit weniger Mangan (SiMn-1 und SiMn-2) kommt es bei dieser Overagingtemperatur zu einem 2-stufigen Verlauf der $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t -Kurven, der auf die Ausscheidung von Karbiden zurückzuführen ist. Hierbei ist anzumerken, dass die Karbidbildung bei Legierung SiMn-1 deutlich früher einsetzt: Der zweite Umwandlungsschritt beginnt nach etwa 300 Sekunden, bei Legierung SiMn-2 scheint die erste Umwandlungsstufe erst nach etwa 600 Sekunden abgeschlossen zu sein.

Die Overagingversuche mit einer Zwischenkühlrate von 5 K/s zeigen, dass nach dieser langsamen Abkühlung nur noch sehr wenig Austenit in Bainit umwandelt, und dass diese Umwandlung außerdem stark verzögert ist.

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer (Abbildung 39.d):

Für **Legierung SiMn-1** verläuft der Restaustenitgehalt mit der Overagingtemperatur bei beiden untersuchten Zwischenkühlraten sehr ähnlich: zwischen 350 °C und 450 °C hat die Overagingtemperatur kaum Einfluss auf den Restaustenitanteil, bei $T_{\text{OA}} = 475$ °C sinkt er stark ab. **Legierung SiMn-2** weist bei niedrigen Overagingtemperaturen (unter 400 °C) einen etwas höheren, bei höheren Overagingtemperaturen ($T_{\text{OA}} = 400 - 450$ °C) einen etwas geringeren Restaustenitgehalt auf als SiMn-1. **Legierung SiMn-3** enthält am wenigsten Restaustenit. Bemerkenswert ist die Tatsache, dass bei $T_{\text{OA}} = 475$ °C die Variante SiMn-1 fast keinen Restaustenit mehr enthält, die beiden anderen Varianten mit höherem Mangangehalt jedoch einen deutlich höheren Restaustenitanteil aufweisen als bei niedrigeren Overagingtemperaturen.

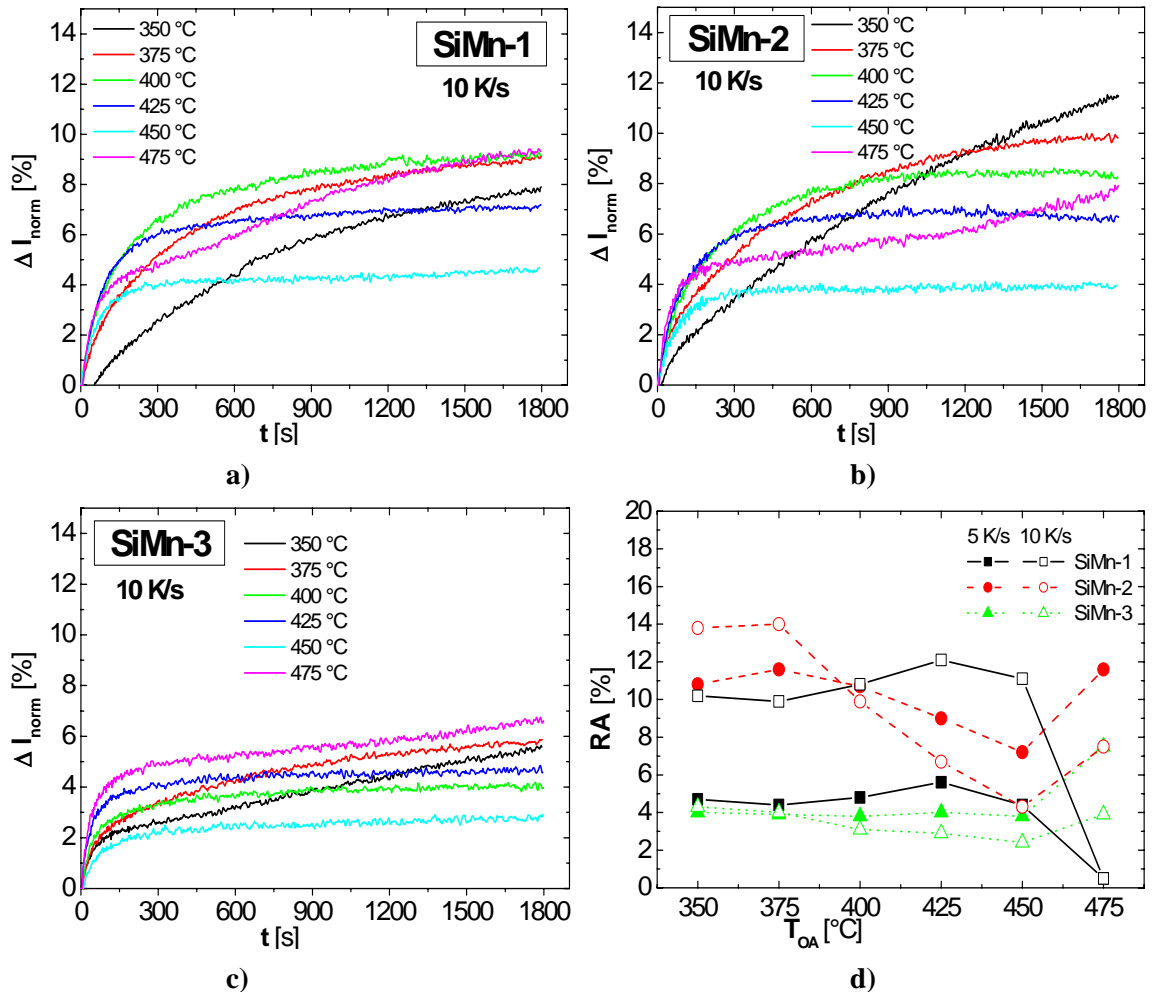


Abbildung 39. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss von Zwischenkühlrate und Halte-temperatur auf Umwandlungsverhalten und Restaustenitgehalt der **Legierungen SiMn-1 bis SiMn-3**

Bei **Legierung B+Mn** (Abbildung 40.a) und b)) wandelt in den Overagingversuchen im Dilatometer ein extrem großer Anteil des Austenits in Bainit um: Mit umgewandelten Anteilen von etwa 50 bis knapp 70 % (für die schnelle Zwischenkühlung mit 10 K/s) bzw. über 35 bis 64 % (bei der langsameren Kühlung mit 5 K/s) wird in dieser Legierungsvariante noch deutlich mehr Bainit gebildet als in Variante B+Cr.

Bei beiden Zwischenkühlraten wird bei Overagingtemperaturen über 425 °C auffallend wenig Bainit gebildet. Außerdem sind im Verlauf der Umwandlung auch bei diesen hohen Halte-temperaturen keine deutlichen Stufen erkennbar.

Restaustenitgehalt nach den Overagingversuchen im Dilatometer: Abbildung 40.c) zeigt die starke Abhängigkeit des Restaustenitanteils von der Overagingtemperatur und der Kühlrate. Für beide Zwischenkühlraten nimmt der Restaustenitgehalt bereits bei Halte-temperaturen oberhalb von 375 °C stark ab. Die Proben, die schneller (10 K/s) von

der interkritischen Glühtemperatur auf die Overagingtemperatur abgekühlt wurden, enthalten dabei bis 425 °C mehr Restaustenit als die langsam zwischengekühlten.

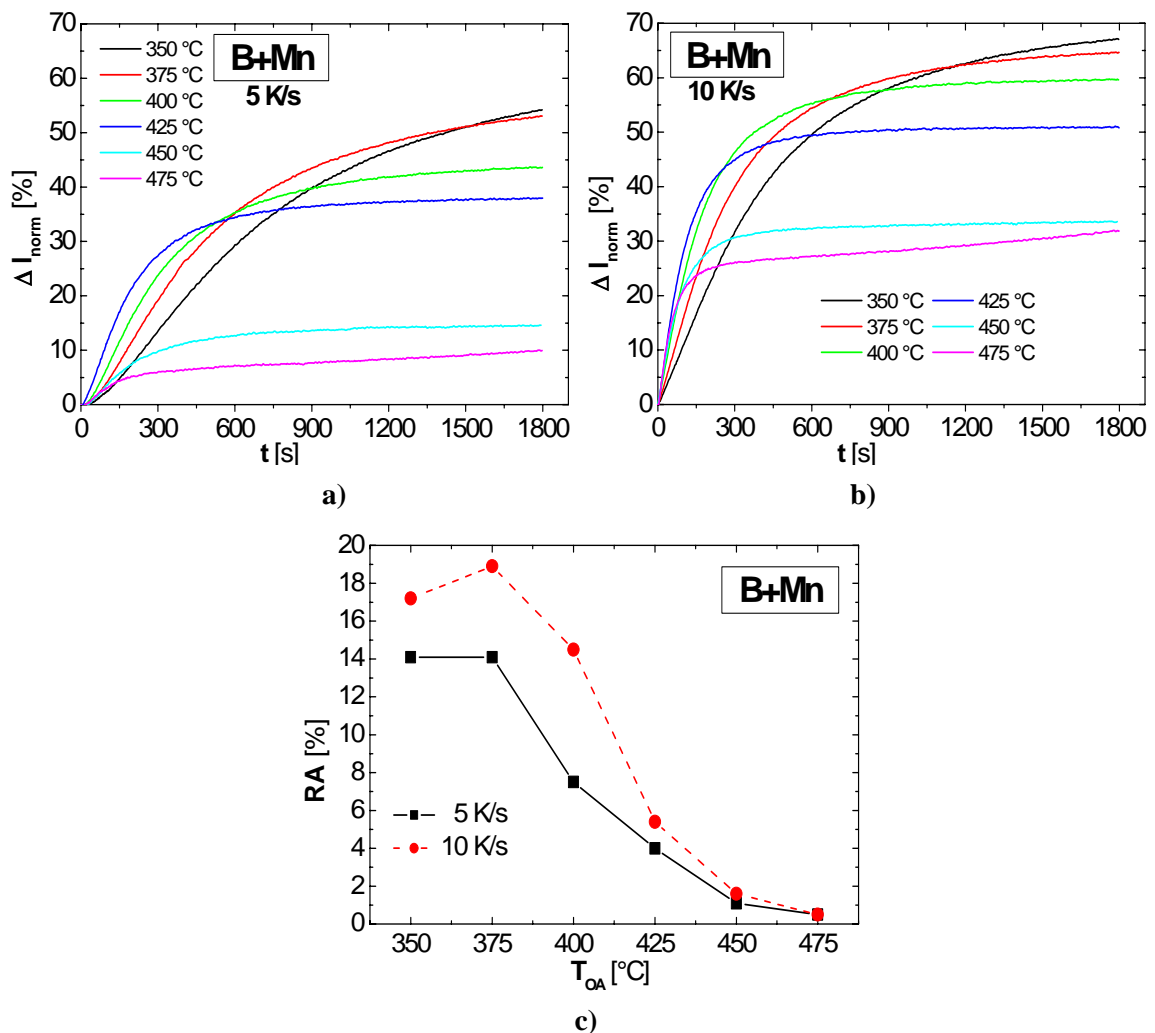


Abbildung 40. Overagingversuche im Dilatometer: Einfluss von Zwischenkühlrate und Halte-temperatur auf Umwandlungsverhalten und Restaustenitgehalt der Legierung **B+Mn**

7.4.2 Mikrostruktur nach Overagingbehandlung im Dilatometer bzw. im MULTIPAS

Die nach Le Pera geätzten und im Lichtmikroskop untersuchten Proben der Legierungen Ni-1 bis Ni-2 weisen nach der Overagingbehandlung im Dilatometer bzw. nach den Overaging-Simulationen im MULTIPAS jeweils sehr ähnliche Mikrostrukturen auf.

Bei den Overagingtemperaturen $T_{\text{OA}} = 450$ °C und $T_{\text{OA}} = 475$ °C sind bei allen Zwischenkühlraten besonders feine, sehr dunkle Teilchen im Gefüge erkennbar, was gut

mit den Ergebnissen aus den Dilatometer- und Glühversuchen im MULTIPAS-Glüh Simulator übereinstimmt und sich mit der Ausscheidung von Karbiden erklären lässt. Mit zunehmender Zwischenkühlgeschwindigkeit wird das Gefüge bei allen Nickel-Schmelzen etwas feiner. Die Mikrostruktur von NiCu ist stärker zeilig als die der reinen Nickel-Varianten Ni-1 und Ni-2.

Bei allen 3 Legierungen mit Nickel fallen unterschiedliche Braunschattierungen in den Gefügebildern auf (Abbildung 41): Besonders bei niedrigen Overagingtemperaturen (350 bis 400 °C) kommen helle Körner mit mittelbraunen Flecken vor (Abbildung 41.a)).

Bei den beiden höher legierten Varianten NiCu und Ni-2 wurden außerdem bei hohen Overagingtemperaturen (Abbildung 41.b)) bzw. schneller Zwischenkühlung (Abbildung 41.c)) andere Braunschattierungen gefunden.

Wie bereits im Kapitel „Experimentelles“ erwähnt, ist die Unterscheidung von angelassenem Martensit und unterem Bainit schwierig. Dennoch liegt hier die Vermutung nahe, dass es sich bei den gefleckten Körnern, die bei sehr langsamer Kühlung bzw. niedrigen Overagingtemperaturen auftreten („B1“ in Abbildung 41.a)), um unteren Bainit handelt, während die helleren Brauntöne bei schneller Kühlung und niedrigen Overagingtemperaturen („B3“ in Abbildung 41.c)) auf angelassenen Martensit hinweisen. Bei den ebenfalls hellbraunen, bei hohen isothermen Haltetemperaturen auftretenden Körnern könnte es sich wieder um Bainit handeln („B2“ in Abbildung 41.b)).

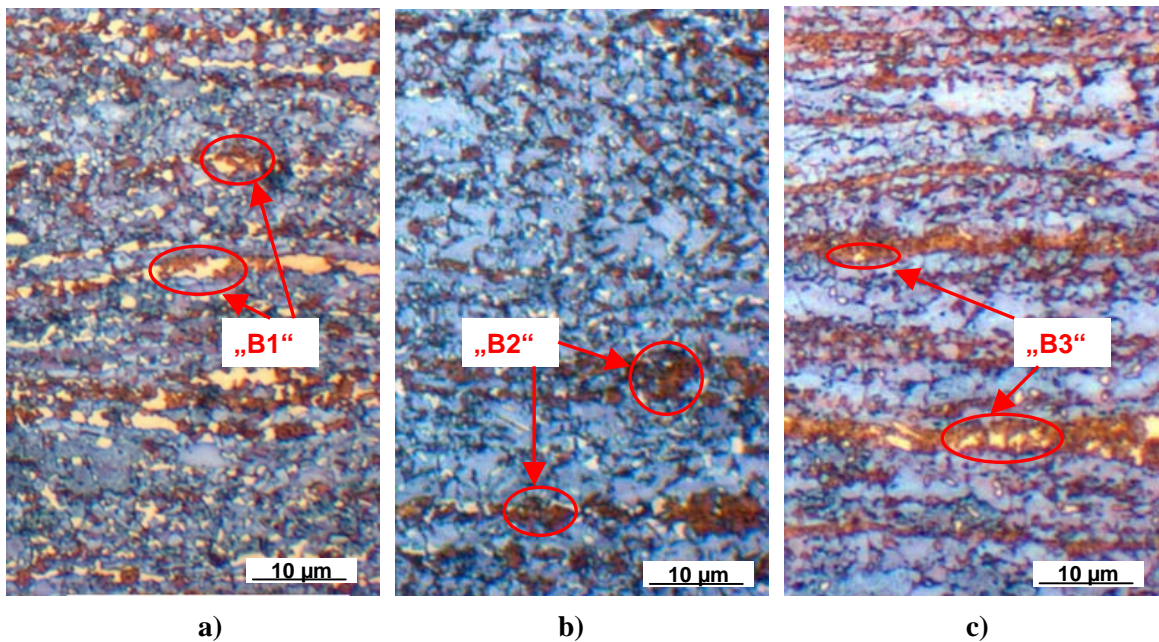


Abbildung 41. Einfluss der Overagingtemperatur bzw. der Kühlrate auf die Mikrostruktur von **Legierung Ni-2** ($T_{IK} = 800 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$);
 a) $T_{OA} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$, $dT/dt = 5 \text{ K/s}$; „B1“ unterer Bainit
 b) $T_{OA} = 475 \text{ }^\circ\text{C}$, $dT/dt = 5 \text{ K/s}$; „B2“ Bainit
 c) $T_{OA} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$, $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; „B1“ angelassener Martensit

In den Gefügebildern der **Legierung B+Cr** wird sowohl nach der Overagingbehandlung im Dilatometer als auch nach dem isothermen Halten für die Parameterstudie im MULTIPAS der Einfluss der Overagingtemperatur (Glühsimulator, $t_{OA} = 240\text{s}$; Abbildung 42.a) bis c)) sowie der Kühlrate vor dem Overaging (Dilatometer, $t_{OA} = 1800\text{s}$; Abbildung 42.d) bis f)) deutlich:

Mit zunehmender Overagingtemperatur wird das Gefüge immer gröber und zeiliger, und der Anteil der hellbraunen Phase nimmt zu.

Bei Variation der Zwischenkühlrate zeigt sich, dass sich vor allem der Anteil der gelblich-braunen Phase ändert: bei schnellerer Kühlung nimmt der Anteil dieser Phase am Gefüge deutlich zu bzw. erscheint dunkler gelblich-braun, bei der höchsten untersuchten Zwischenkühlrate (50 K/s) enthält die Mikrostruktur nur noch sehr wenige feine, weiße Körner (Restaustenit) und mehr und gröbere gelbliche Körner (Martensit) als bei Kühlung mit 10 K/s.

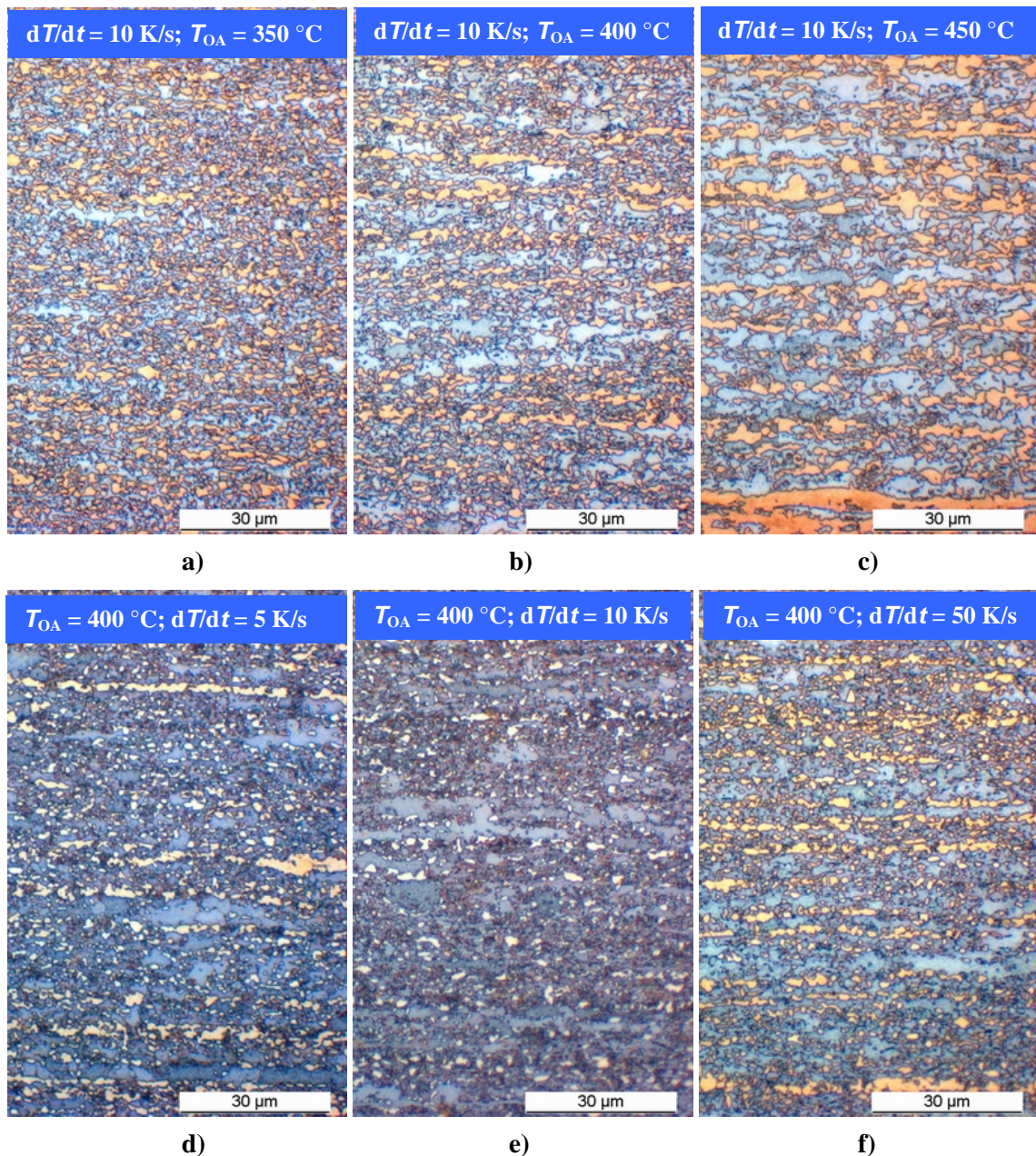


Abbildung 42. Einfluss der Overagingtemperatur (a) bis c); Glühsimulator, $t_{OA} = 240\text{s}$) bzw. der Zwischenkühlrate (d) bis f); Dilatometer, $t_{OA} = 1800\text{s}$) auf das Gefüge von **Legierung B+Cr**

Von ausgewählten Proben wurden nach der Glühung im Glühsimulator auch noch Aufnahmen im **Durchstrahlungselektronenmikroskop** gemacht.

Die im SE- und STEM-Modus aufgenommenen Bilder der **Legierung Mo-1** (Basis + 0.2 – 0.5 % Mo; nach isothermem Halten bei $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$; lichtmikroskopische Aufnahme siehe Abbildung 43) zeigen unterschiedlich große Körner und dunklere, nicht strukturierte Bereiche (Martensit, Restaustenit) und hellere (Ferrit), die wenig Ausscheidungen enthalten (Abbildung 44). Die Analyse im

Durchstrahlungselektronenmikroskop ergab, dass bainitische Bereiche nur selten auftreten, dann aber eindeutig zementitfrei sind.

Normalerweise erscheint Martensit im Elektronenmikroskop unter den verwendeten Bedingungen (Schichtdicke und Beleuchtungsmodus) sehr dunkel und wirkt durch die hohe Versetzungsdichte kompakt. In den hier untersuchten Proben trat aber eine teilweise weniger dicht erscheinende Substruktur in den martensitischen Bereichen auf – diese führt zu den im Lichtmikroskop beobachteten unterschiedlichen Braunschattierungen. Diese weniger kompakt wirkenden Stellen dürften durch teilweises Anlassen des Martensits entstehen.

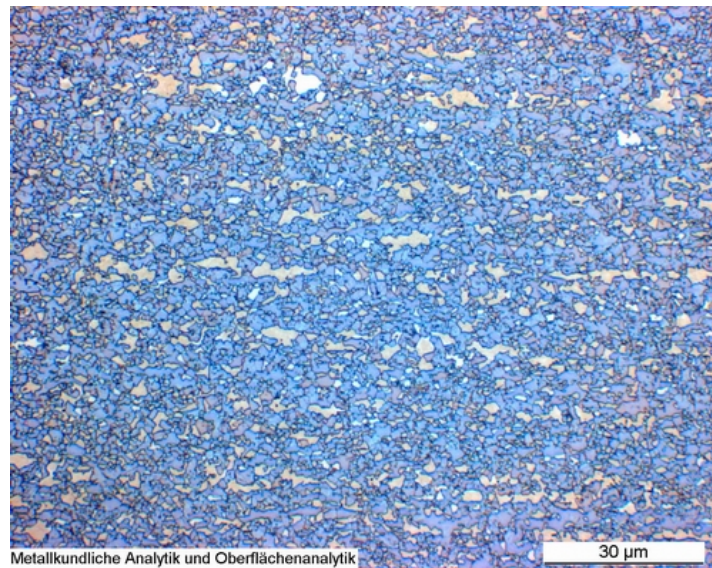


Abbildung 43. Legierung Mo-1: Gefüge nach Overagingbehandlung
 ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $dT/dt = 5 \text{ K/s}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

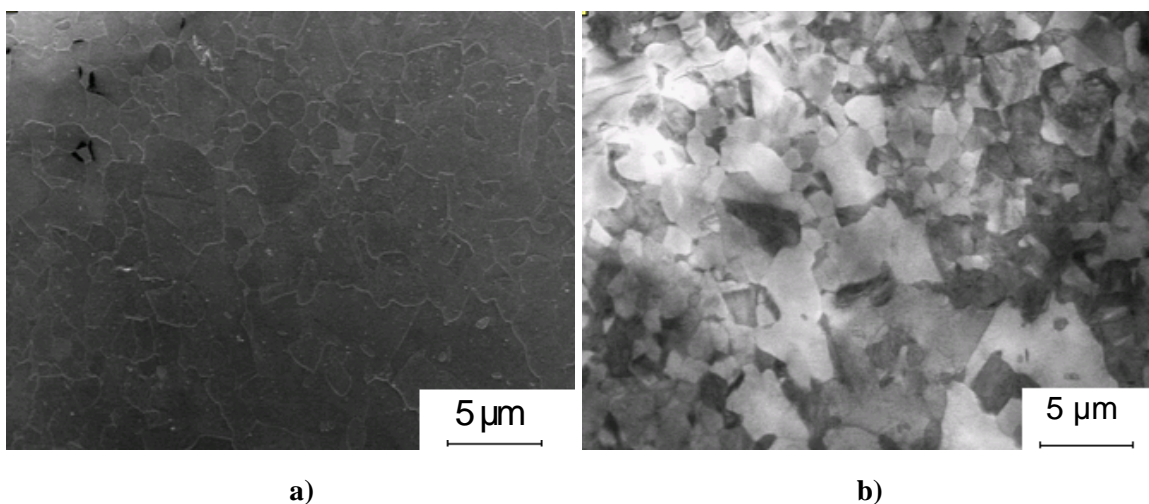


Abbildung 44. Legierung Mo-1; a) SE- und b) STEM-Aufnahme nach Overagingbehandlung
 ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $dT/dt = 5 \text{ K/s}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

Insgesamt ist die molybdänhaltige Probe eher feinkörnig, wobei die Korngrößenverteilung inhomogen ist. Das Gefüge enthält vorwiegend Ferrit und Martensit (Abbildung 45.a)) und nur wenig Austenit – in Abbildung 45.b) ist eine ausgewählte Stelle mit einem großen Restaustenitkorn zu sehen. Bainitische Bereiche – wie in Abbildung 45.c) exemplarisch dargestellt – wurden nur wenige gefunden, ebenso sind Ti(C, N)- und Zementitausscheidungen (Abbildung 45.d)) in der Probe Mo-1 selten.

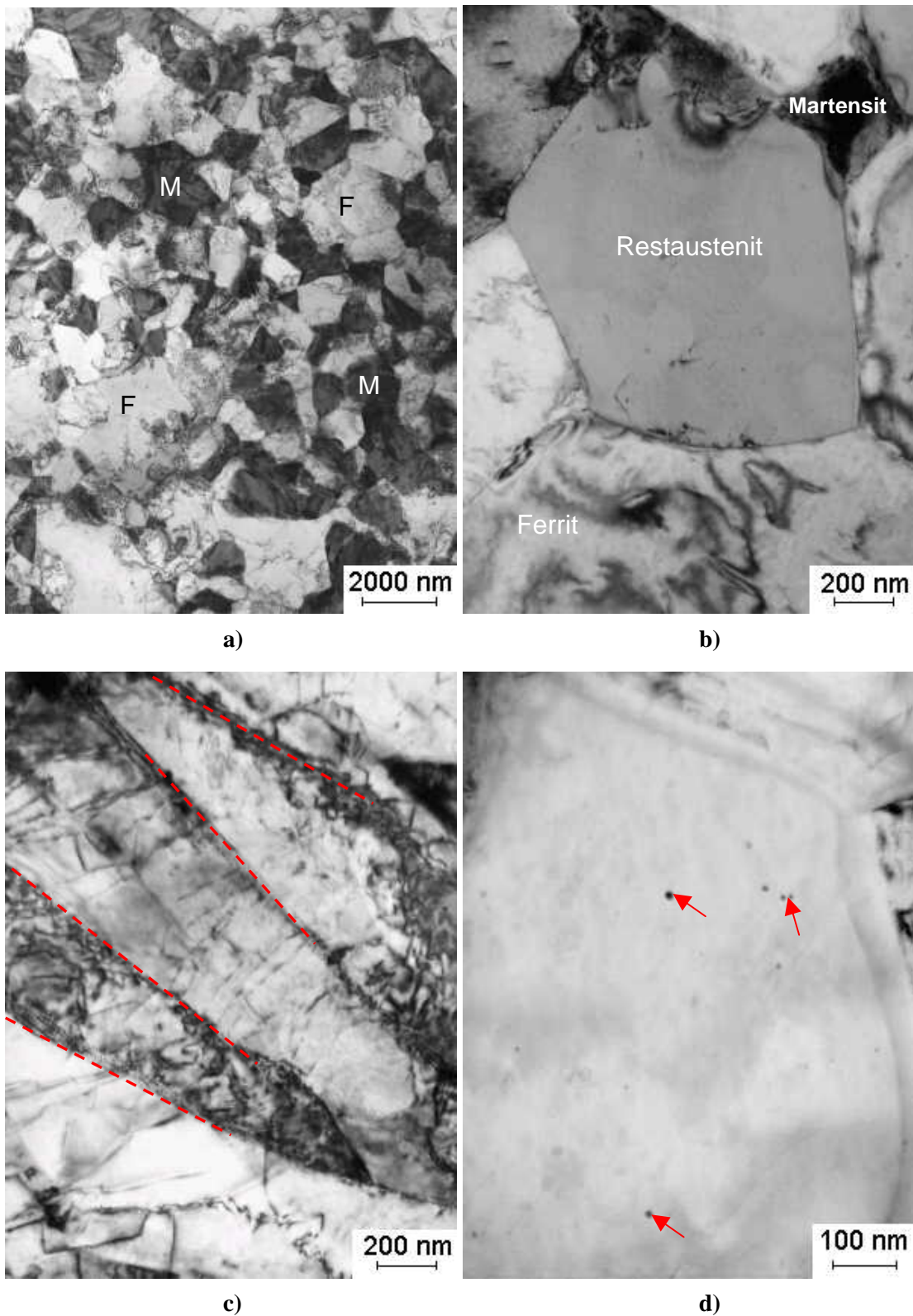


Abbildung 45. TEM-Bilder von **Legierung Mo-1** nach Overagingbehandlung
 ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $dT/dt = 5 \text{ K/s}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)
a) Ferrit (F) und Martensit (M) **b)** Restaustenitkorn
c) Bainitlatten **d)** Zementit im Ferrit (Pfeile)

Von der **Schmelze Ni-1 mit 0.4 – 0.7 % Ni** wurde ebenfalls eine Probe nach Overagingbehandlung ($T_{OA} = 350 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$; lichtmikroskopische Aufnahme siehe Abbildung 46) untersucht. Im SE/STEM-Modus ist wieder ein feines Gefüge mit inhomogener Korngrößenverteilung und sowohl dunklen, nicht strukturierten, als auch vielen stark strukturiert wirkenden Bereichen zu sehen. Außerdem sind feine Ausscheidungen sichtbar (siehe Pfeile in Abbildung 47.a) und Abbildung 48.a)).

Der in dieser Probe enthaltene Martensit ist bereits teilweise umgewandelt – möglicherweise handelt es sich um vorbainitischen Martensit, der beim Abkühlen von der interkritischen Glüh­temperatur entstanden ist, und während des Overagings angelassen wurde. Bei den beobachteten Stellen mit lattenartiger Struktur (siehe rot markierte Bereiche in Abbildung 48.b) und c)) könnte es sich um Bainit handeln. Jedenfalls wurden keine Ausscheidungen innerhalb der Latten festgestellt. Zementitausscheidungen wurden nur innerhalb von größeren Ferritkörnern gefunden.

Die Probe enthält außerdem deutlich mehr Restaustenit als die Molybdän-Variante. Dabei ist anzumerken, dass die austenitischen Bereiche teilweise nur sehr unscharf gegen die martensitischen abgegrenzt sind. Häufig ist der Austenit entlang der Grenzen der lattenförmigen Strukturen zu finden, er kommt aber auch als Insel-Typ vor (Abbildung 48.d)).

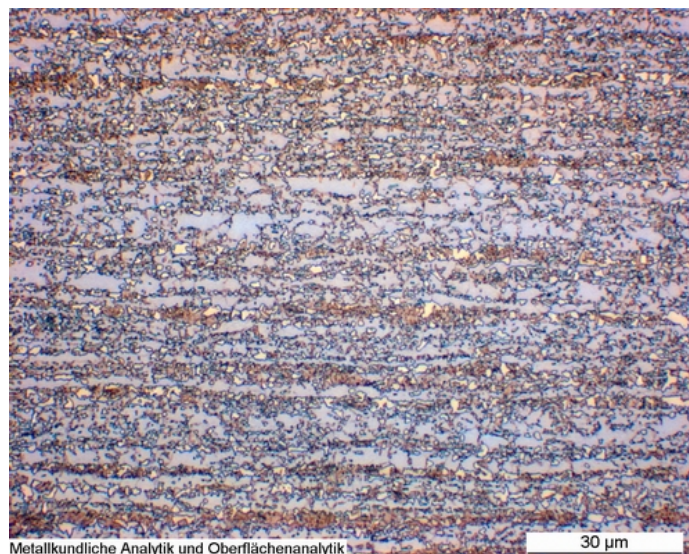


Abbildung 46. Legierung Ni-1: Gefüge nach Overagingbehandlung

($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 350 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

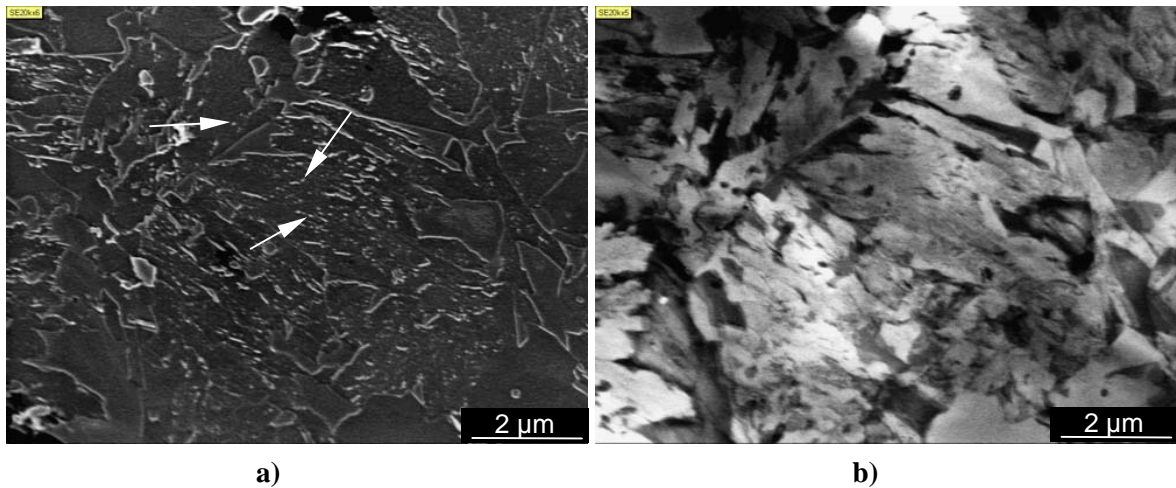


Abbildung 47. Feine Ausscheidungen in Probe **Ni-1**; **a)** SE- und **b)** STEM-Aufnahme
($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 350 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

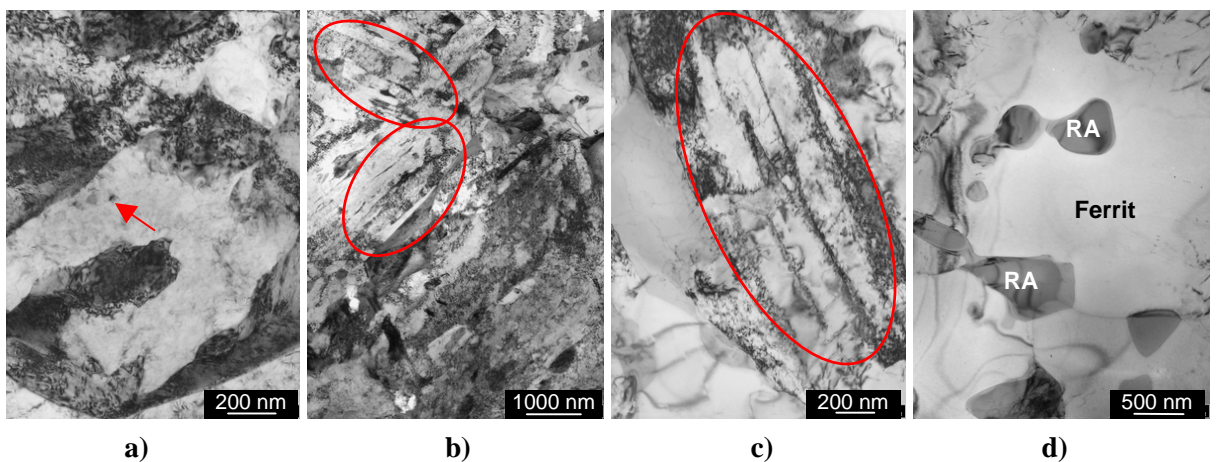


Abbildung 48. TEM-Bilder von **Legierung Ni-1**
($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 350 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)
a) feine Ausscheidung; **b) & c)** Bainitlatten; **d)** Restaustenit (Inseltyp)

Die Untersuchung einer Probe der **Ni-Cu-Variante NiCu** ($dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$; siehe Abbildung 49) ergab, dass hier die Korngrößenverteilung im insgesamt feinen Gefüge deutlich homogener ist als bei den anderen analysierten Proben (Abbildung 50).

Der in dieser Probe gebildete Bainit ist zementitfrei, allerdings wurden in Ferritkörnern rundliche Kupferausscheidungen (siehe rote Pfeile in Abbildung 51) und seltener auch Zementitpartikel gefunden. Im Vergleich mit den anderen Varianten enthält diese eindeutig mehr Restaustenit und weniger Martensit – die Mikrostruktur besteht also vorwiegend aus Restaustenit und Ferrit.

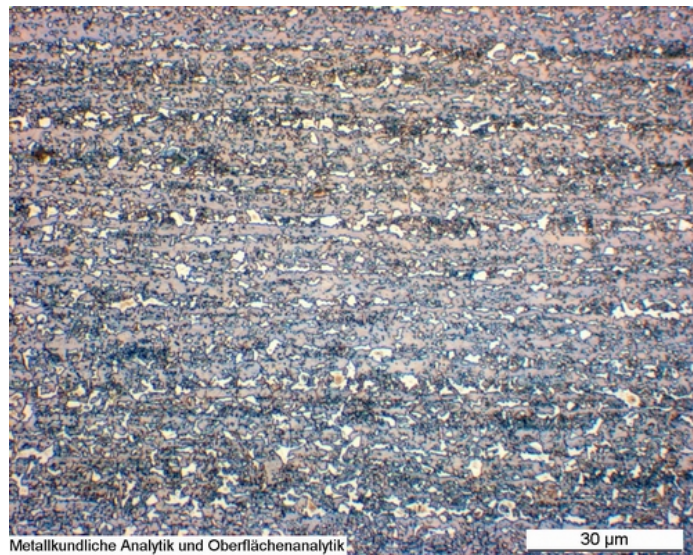


Abbildung 49. Legierung NiCu: Gefüge nach Overagingbehandlung
($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

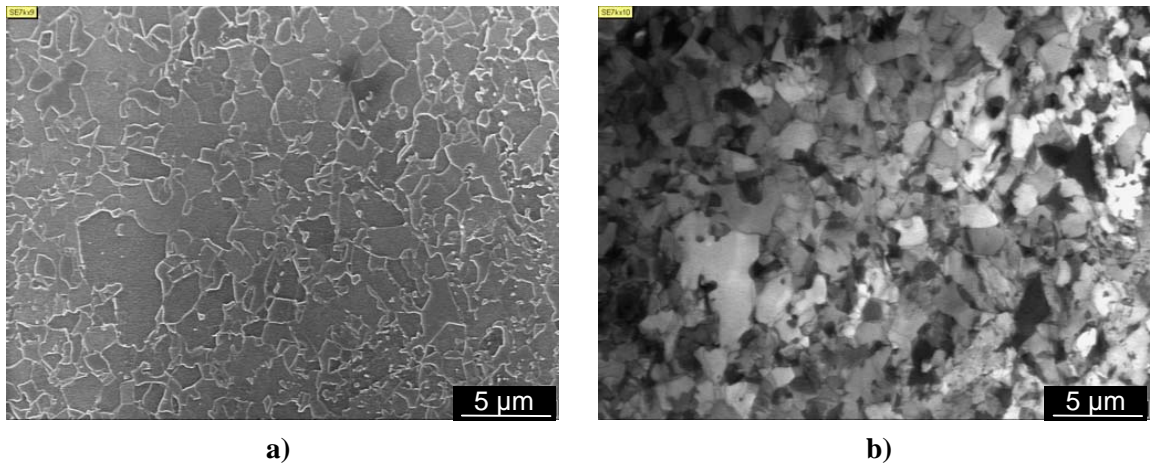


Abbildung 50. Legierung NiCu; a) SE- und b) STEM-Aufnahme
($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

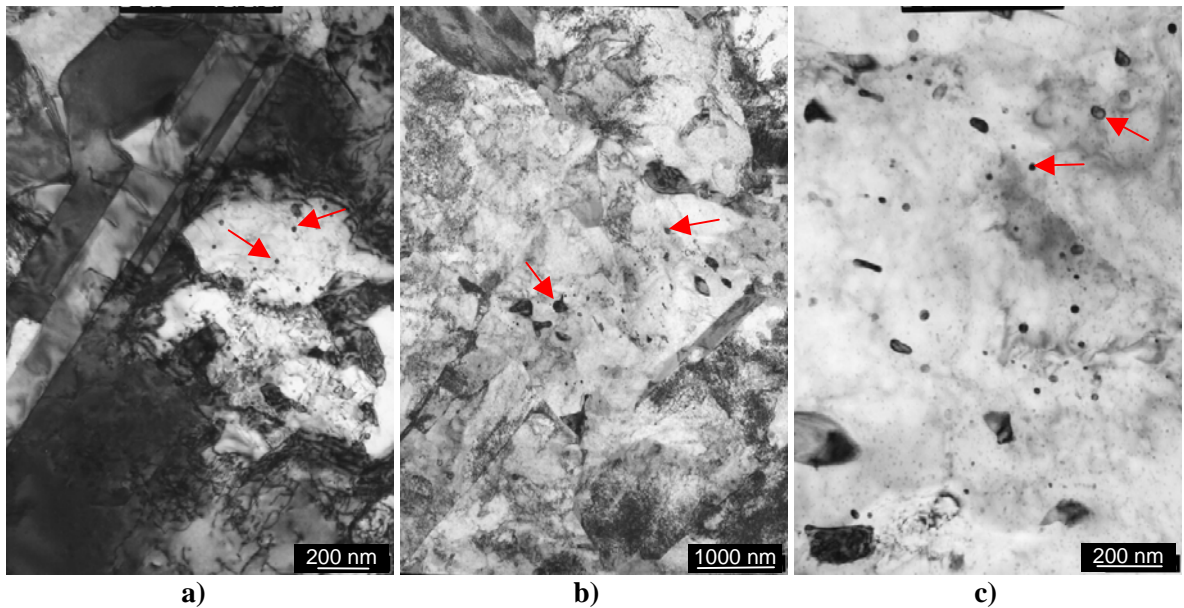


Abbildung 51. Cu-Ausscheidungen (durch Pfeile gekennzeichnet) in **Legierung NiCu**

($T_{IK} = 800 \text{ } ^\circ\text{C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ } ^\circ\text{C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

Auch von der **Chrom-Legierung B+Cr** ($dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ } ^\circ\text{C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$; s. auch Abbildung 52) wurden SE/STEM und TEM-Bilder aufgenommen.

Wieder ist das Gefüge fein mit inhomogener Korngrößenverteilung. Dabei sind die Ferritkörner etwas größer und erscheinen im STEM (Abbildung 53) heller als die übrigen Bereiche (andere Phase). Zusätzlich fallen wieder inhomogen gefärbte martensitische und auch austenitische Stellen auf, die zu den unterschiedlichen Braunschattierungen im Lichtmikroskop führen (siehe rote Markierungen in Abbildung 54). Der vorhandene Bainit ist zementitfrei. Im Ferrit jedoch wurden wieder intragranulare Zementitteilchen gefunden, die erhöhte Mangan- und Chromgehalte aufweisen (siehe Abbildung 55).

Insgesamt besteht das Gefüge aus Ferrit, Bainit, Martensit und Restaustenit, wobei der Restaustenitanteil niedriger als in den Ni- bzw. Ni/Cu-Proben und deutlich höher als in der Mo-Variante ist.

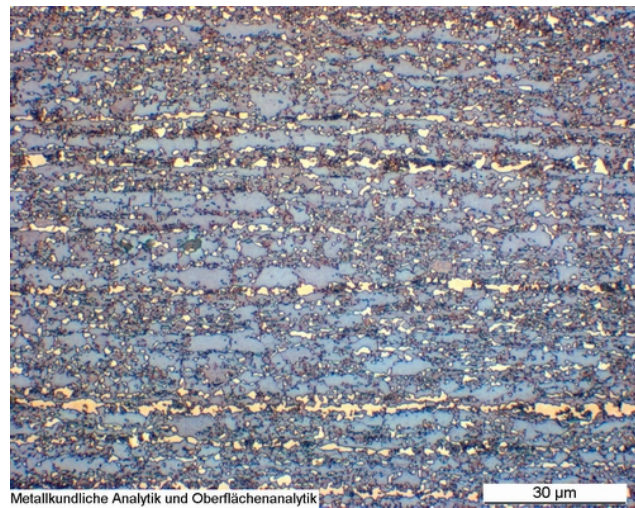
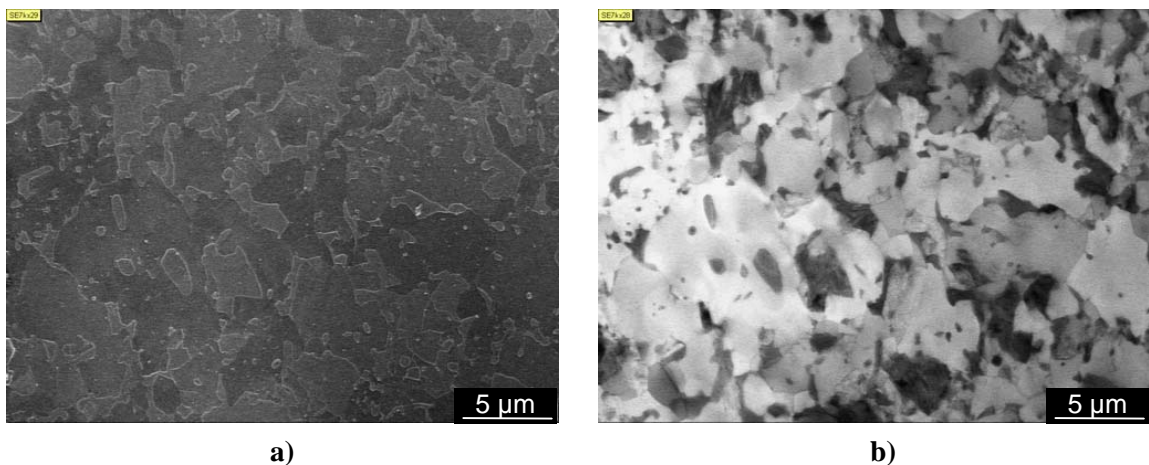


Abbildung 52. Legierung B+Cr: Gefüge nach Overagingbehandlung

($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)



a)

b)

Abbildung 53. Legierung B+Cr; a) SE- und b) STEM-Aufnahme

($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

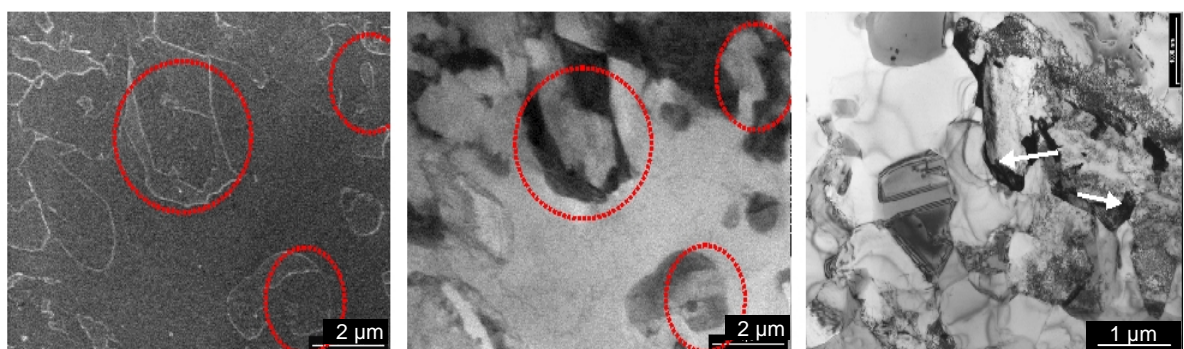


Abbildung 54. angelassener (?) Martensit (rote Markierungen bzw. weiße Pfeile; von links: SE, STEM und TEM-Aufnahme) in **Legierung B+Cr** ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$; $dT/dt = 50 \text{ K/s}$; $T_{OA} = 400 \text{ °C}$; $t_{OA} = 480 \text{ s}$)

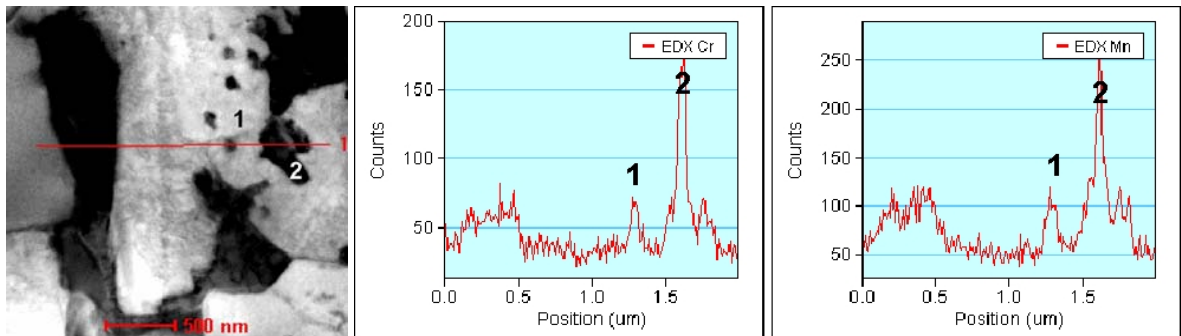


Abbildung 55. Fe_3C -Partikel in Ferritkorn + EDX-Kurven für Mn und Cr

7.4.3 In der Bainitzone unterbrochene Glühversuche bzw. Dilatometerversuche mit Kühlratenwechsel

Die bei den Dilatometer-Untersuchungen zum isothermen Halten in der Overagingzone und in den Gefügebildern nach der Overagingbehandlung im MULTIPAS für die Nickel-Varianten gefundenen Besonderheiten (ungewöhnlich niedrige $\Delta l_{\text{normiert}}$ vs. t_{OA} – Kurven bei 425 bzw. 450 °C und braun-fleckige Bereiche in den Gefügebildern) warfen einige Fragen auf. Daher wurde mit Hilfe von unterbrochenen Glühversuchen versucht, den Gefügestand unmittelbar vor dem isothermen Halten genauer zu charakterisieren.

Hierfür wurden Proben der Legierungsvarianten Ni-1, NiCu und Ni-2 nach der interkritischen Glühung ($T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s) mit 2 verschiedenen Kühlraten (5 bzw. 50 K/s) bis auf verschiedene Temperaturen zwischen 475 und 300 °C abgekühlt und anschließend in Wasser abgeschreckt (Abbildung 56).

Die Ergebnisse zeigen keinen eindeutigen Zusammenhang der mechanischen Eigenschaften mit der Abschrecktemperatur, auch die Restaustenitmessungen und die Untersuchungen im Lichtmikroskop ergaben keine deutlichen Hinweise auf die stattfindenden Phasenumwandlungen. Allerdings liegen die Werte für die Streckgrenze und die Zugfestigkeit nach der langsameren Kühlung (5 K/s) unter denen nach der schnelleren Kühlung (50 K/s).

Zusätzlich wurden zur Aufklärung dieser Fragen im Dilatometer Abkühlversuche mit einem Kühlratenwechsel bei 480 °C durchgeführt ($T_{IK} = 800$ °C; $t_{IK} = 60$ s; dann Abkühlung mit 5 bzw. 50 K/s bis 480 °C; ab 480 °C Kühlung mit 50 bzw. 5 K/s; siehe Abbildung 57).

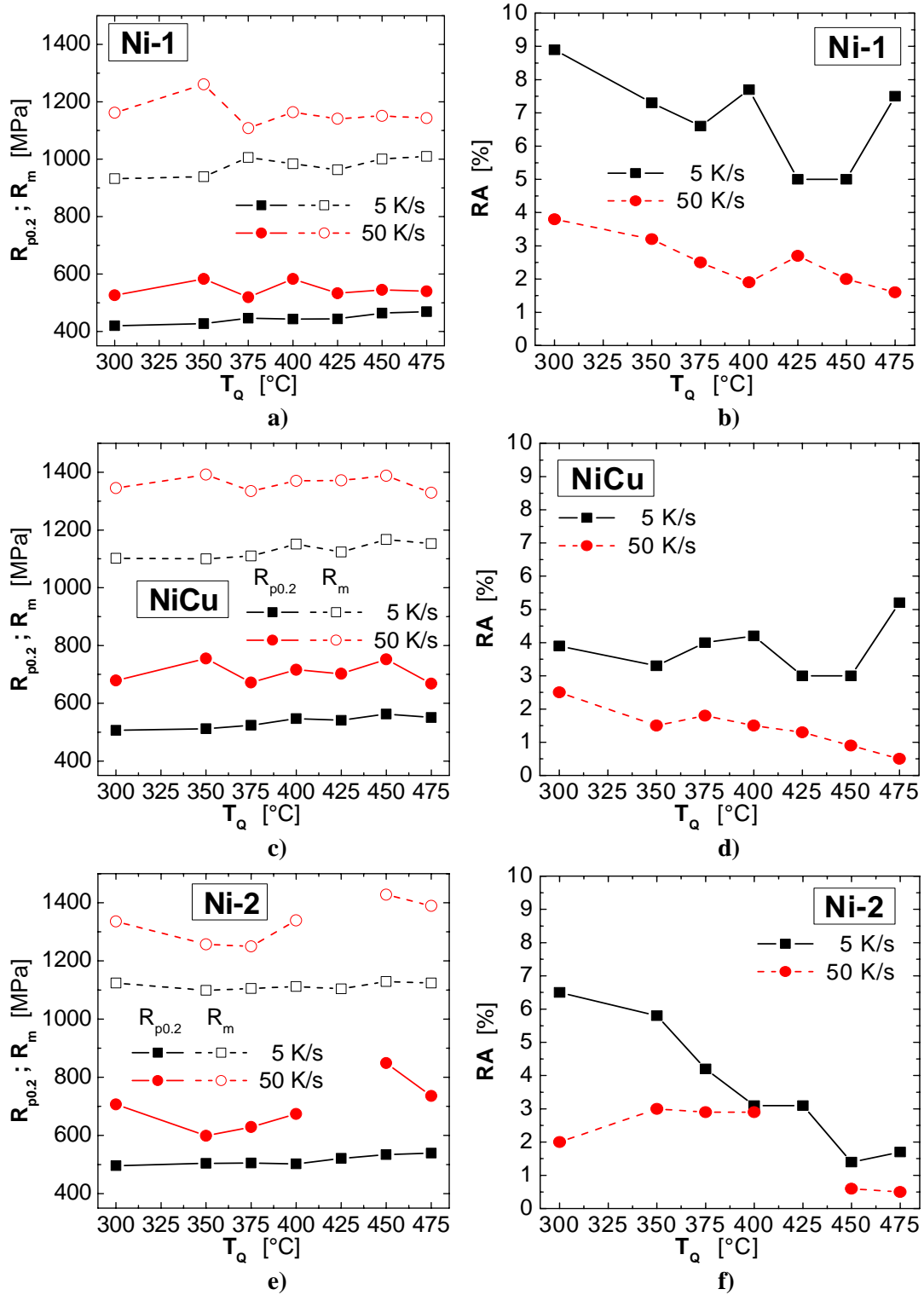


Abbildung 56. Einfluss der Zwischenkühlrate und der Abschrecktemperatur vor dem isothermen Halten auf Streckgrenze, Zugfestigkeit und Restaustenitgehalt für **Legierungen Ni-1, NiCu und Ni-2**

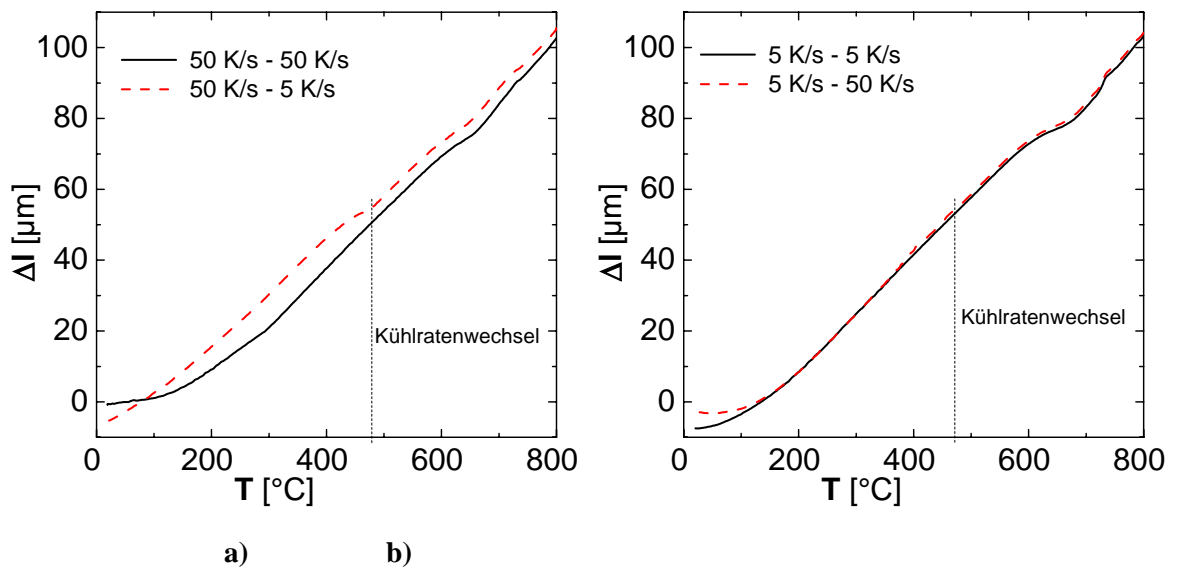


Abbildung 57. Abkühlversuche nach interkritischer Glühung ($T_{IK} = 800 \text{ °C}$; $t_{IK} = 60 \text{ s}$) im Dilatometer mit **Kühlratenwechsel bei 480 °C für Legierung Ni-2**

7.4.4 Mechanische Eigenschaften und Restaustenitgehalt nach Overaging-Behandlung

Mo/Nb-Legierungen Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb:

Die Zugversuche an den im MULTIPAS im Rahmen der Parameterstudie geglühten Proben (Abbildung 58) ergeben mit 1200 bis knapp 1400 MPa Zugfestigkeitswerte, die weit über denen des ursprünglich angestrebten „TRIP 1000“ liegen.

Vergleicht man die mechanischen Eigenschaften der 3 molybdänhaltigen Legierungsvarianten, lässt sich feststellen, dass die Erhöhung des Molybdängehalts von 0.2 – 0.5 auf 0.4 – 1.0 % zu einer Festigkeitssteigerung von etwa 100 MPa führt, und die Zugabe von 0.02 % Niob weitere 50 – 90 MPa. Die Streckgrenze wird etwas weniger beeinflusst, während die Gleichmaß- und Bruchdehnung mit dem höheren Mo-Gehalt etwas absinken. Der Restaustenitgehalt ist in allen 3 Legierungsvarianten ähnlich niedrig (Abbildung 60).

Die Kühlrate (2 bzw. 5 K/s) vor der Overagingbehandlung wirkt sich kaum auf die mechanischen Eigenschaften aus. Insgesamt entsprechen die erzielten mechanischen Eigenschaften mit einem Streckgrenzenverhältnis von ca. 0.5 und relativ niedrigen Dehnungswerten (um 9 %) eher den Norm-Werten eines Dual-Phasen- als denen eines TRIP-Stahls.

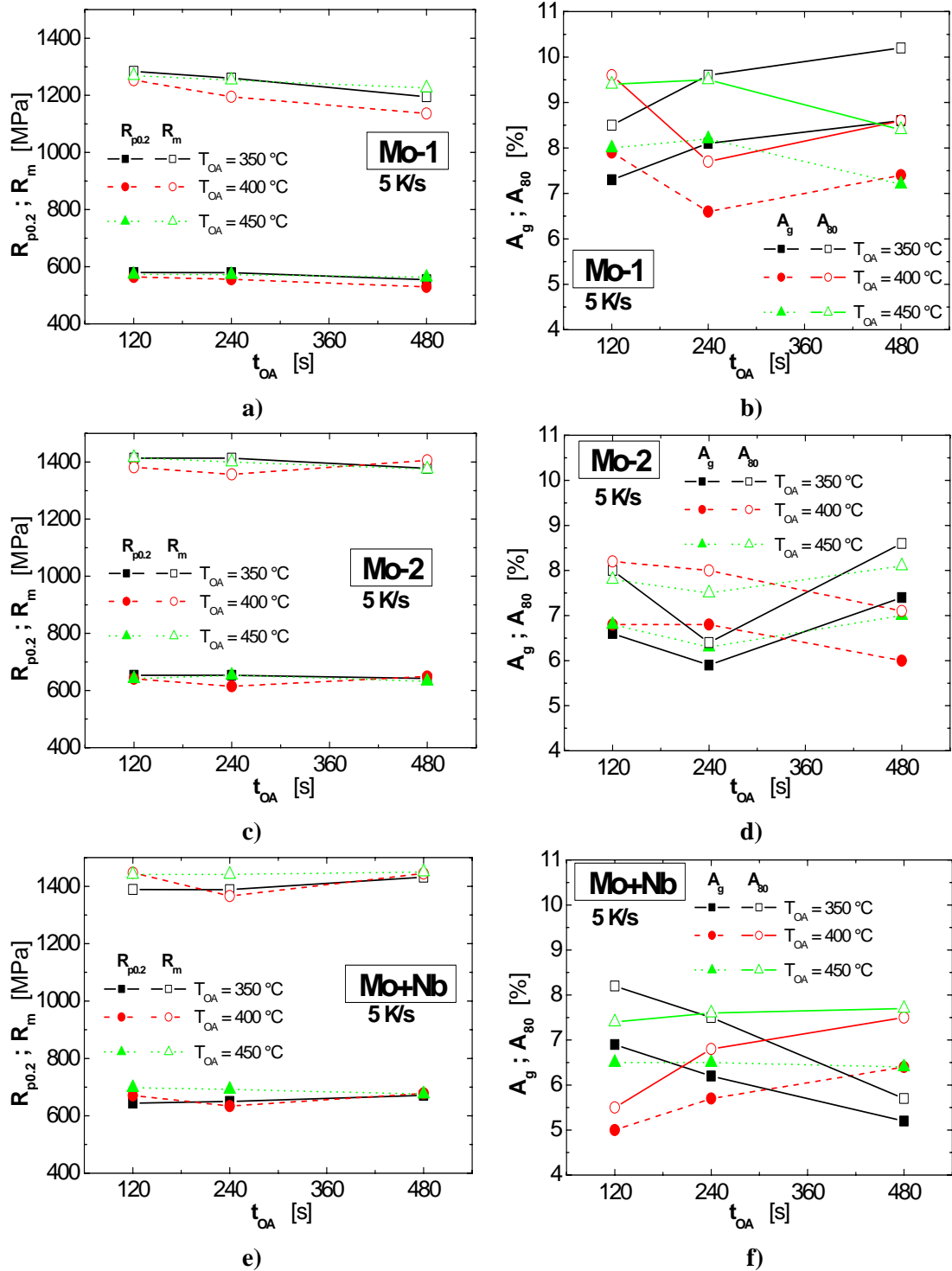


Abbildung 58. Mechanische Eigenschaften nach Overaging im Glühsimulator für Legierungen Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb; Kühlrate 5 K/s

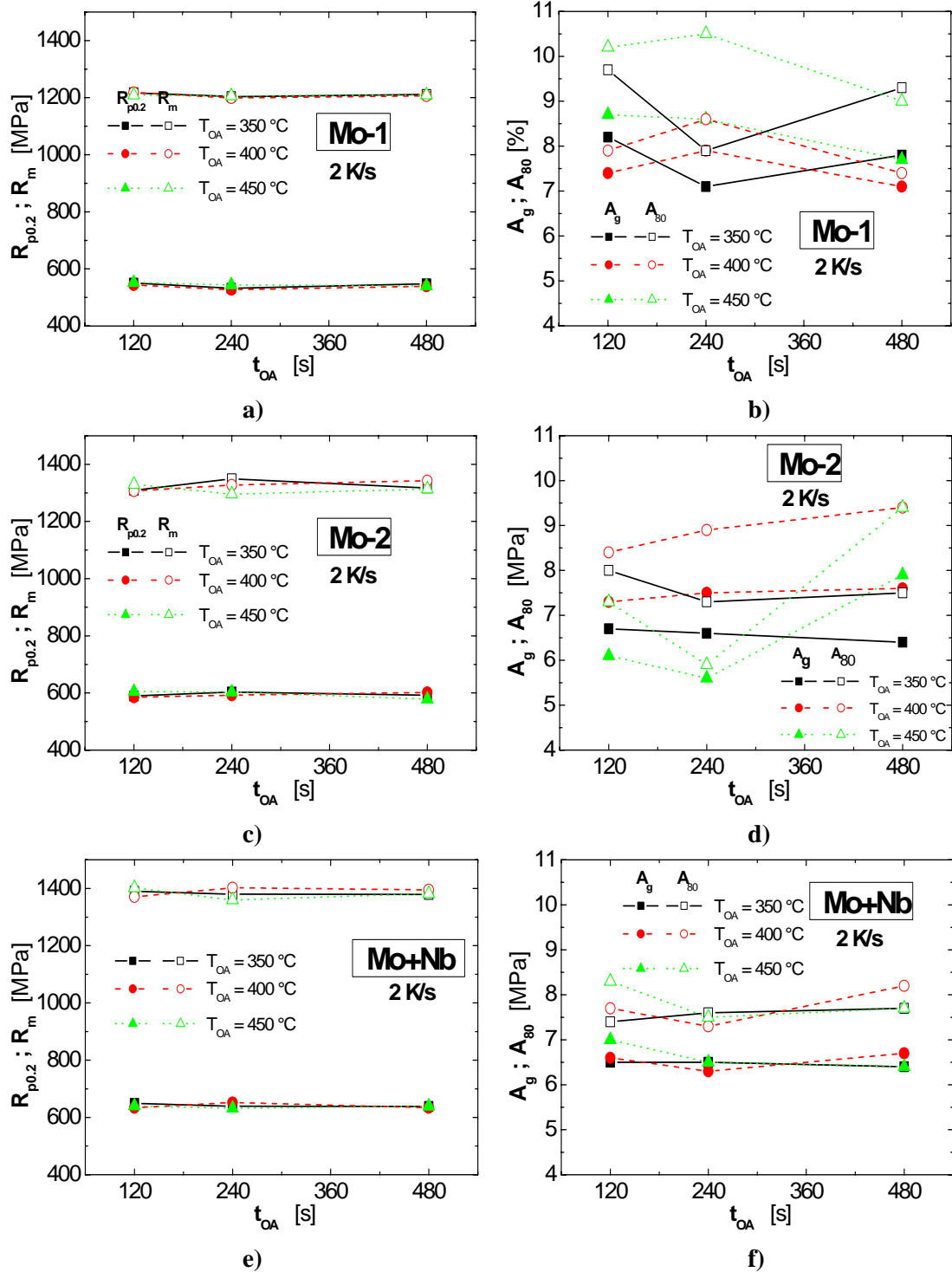


Abbildung 59. Mechanische Eigenschaften nach Overaging im Glühsimulator für Legierungen Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb; Kühlrate 2 K/s

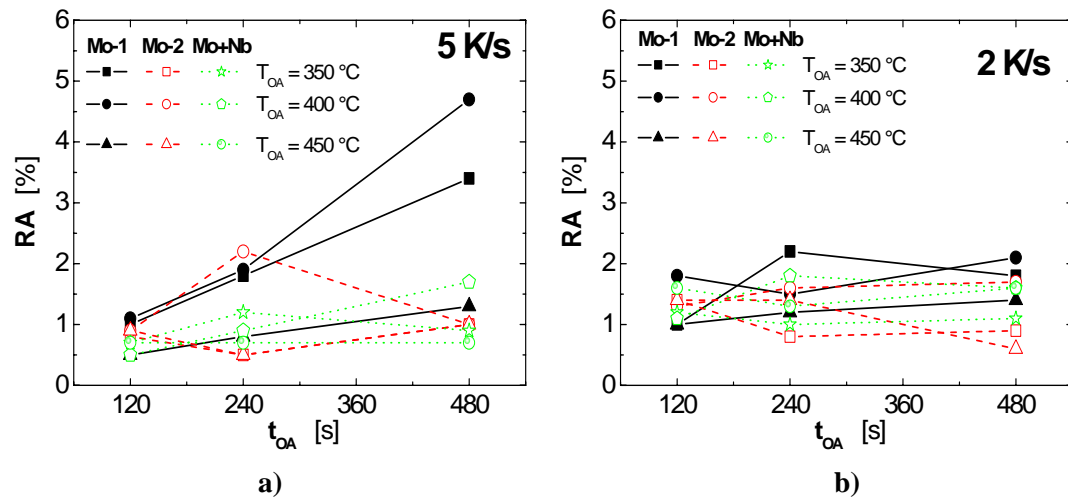


Abbildung 60. Restaustenitgehalt nach Overaging im Glühsimulator für Legierungen **Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb**; Kühlrate 5 bzw. 2K/s

Nickel-, Kupfer- und Chromvarianten (Abbildung 61 und Abbildung 62; mechanische Eigenschaften nur für $T_{OA} = 400 \text{ °C}$ dargestellt):

Die Zugfestigkeit der **Legierungsvariante Ni-1** (Basis + 0.4 – 0.7 % Ni) liegt nach der Overagingbehandlung zwischen 780 und knapp über 900 MPa. Die Werte für die Streckgrenze sind bei der schnelleren Zwischenkühlung (50 K/s) geringfügig höher, bei kurzer Haltezeit (120 s) ist bei hoher Kühlrate auch die Zugfestigkeit deutlich höher als bei langsamer Kühlung.

Gleiches gilt für die Streckgrenze, die bei Werten zwischen 440 und 580 bzw. 600 (je nach Kühlrate) liegt. Während die Dehnungseigenschaften (A_g und A_{80}) stärker auf die Änderung der Kühlrate und vor allem auch auf die Haltetemperatur in der Bainitzone reagieren, zeigt der Restaustenitgehalt keine starke Abhängigkeit von diesen Parametern. Dass die Dehnung bei 400 °C wesentlich größer ist als nach einer Overagingbehandlung bei 350 bzw. 450 °C, lässt sich über den Martensitanteil bzw. Karbidbildung erklären: Bei 350 °C kann der Austenit wegen der bereits geringen chemischen Treibkraft zur Bainitbildung nicht ausreichend stabilisiert werden, daher entsteht bei der Abkühlung bzw. bereits bei geringer mechanischer Belastung (z.B. im Zugversuch) Martensit – sehr niedrige Gleichmaß- und Bruchdehnung und hohe Zugfestigkeit bei gleichzeitig niedriger Streckgrenze sind die Folge. Dafür spricht auch das Absinken der Zugfestigkeit bzw. das Ansteigen der Streckgrenze und die besseren Dehnungswerte mit zunehmender Overagingdauer: längere Haltezeiten ermöglichen eine bessere Stabilisierung des Austenits gegen Martensitbildung auch bei niedrigen Overagingtemperaturen.

Bei 400 °C scheint diese Stabilisierung des Austenits optimal zu verlaufen: Der wesentliche Unterschied zu den anderen Overagingtemperaturen ist nicht die

Austenitmenge, sondern dessen Stabilität gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung (Abbildung 62).

Trotz der hohen Treibkraft und der schnelleren Kinetik bei der höheren Temperatur, ist 450 °C als Overagingtemperatur scheinbar schon zu hoch – bei längeren Overagingzeiten kommt es hier zur Karbidausscheidung, die auf Kosten des Kohlenstoffgehalts und damit der Stabilität des Restaustenits geht. Die niedrigen Werte für die Dehnung bei kürzeren Haltezeiten bei dieser Temperatur (bei gleichzeitig hoher Zugfestigkeit) könnten eventuell dadurch erklärt werden, dass der Restaustenit zu stabil gegenüber der verformungsinduzierten Martensitbildung ist – er würde dann nicht mehr zum TRIP-Effekt beitragen.

Die Werte für den Stabilitätsfaktor k des Restaustenits sind nach Overaging bei 400 °C nahezu identisch mit denen der Basislegierung. Bei der höheren Overagingtemperatur ($T_{OA} = 450$ °C) weist Legierung Ni-1 zwar höhere k -Werte auf als bei $T_{OA} = 400$ °C, sie sind jedoch deutlich niedriger als die des Vergleichsmaterials (Basislegierung), der Restaustenit ist also stabiler als in der Basislegierung. Bei beiden Haltetemperaturen wirkt sich die höhere Zwischenkühlrate von 50 K/s positiv auf die Restaustenitstabilität aus.

Durch die erhöhte Bainitbildung in **Legierung Ni-1** kann der Restaustenit besser mit Kohlenstoff angereichert werden und ist daher stabiler gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung als in der Basislegierung. Bei schnellerer Zwischenkühlung wird in der Overagingzone sogar noch mehr Bainit gebildet, sodass hier die k -Werte noch niedriger sind.

Sehr ähnlich wie die Variante Ni-1 mit nur 0.4 – 0.7 % Ni, verhält sich auch die **Legierung NiCu**, bei der zusätzlich 0.8 – 1.4 % Cu zulegiert wurde.

Die mechanischen Eigenschaften nach der Overagingbehandlung sind wieder bei $T_{OA} = 400$ °C am besten, allerdings sind für eine optimale Eigenschaftskombination längere Haltezeiten nötig als bei Legierung Ni-1 – während dort mit isothermem Halten für die Dauer von 240 s die besten Eigenschaften erzielt werden, braucht die Variante mit Kupfer etwas länger: bei beiden untersuchten Kühlraten liegt das Optimum bei 480 s Overagingdauer. Dabei liegen die Zugfestigkeit und die Streckgrenze leicht über dem Niveau von Legierung Ni-1, die Dehnungswerte und der Restaustenitgehalt hingegen auf dem gleichen.

Wie bei Variante Ni-1 ist 350 °C als Haltetemperatur zu niedrig – der Austenit kann nicht ausreichend gegen die thermische Martensitbildung während der Abkühlung auf Raumtemperatur stabilisiert werden.

Beim isothermen Halten bei 450 °C scheiden sich bei längeren Haltezeiten bereits wieder Karbide aus – was auch an der RA-Stabilität zu sehen ist: Erhöht man bei $T_{OA} = 450$ °C

die Haltezeit von 240 auf 480 s, steigt der k -Wert leicht an. Sonst liegen die k -Werte im Vergleich mit der Basislegierung wieder ähnlich wie bei Legierung Ni-1: Niedrigere Overagingtemperatur und längere Haltezeit, sowie schnellere Zwischenkühlung führen zu niedrigeren k -Werten, also stabilerem Restaustenit.

Für **Legierung Ni-2 mit 0.8 – 1.4 % Ni** ergibt sich ein sehr ähnliches Bild der Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von den Overagingbedingungen wie bei den Varianten Ni-1 und NiCu: Die Werte für Streckgrenze, Zugfestigkeit, Gleichmaß- und Bruchdehnung liegen dabei jeweils zwischen denen der Legierungen Ni-1 und NiCu. Die Proben enthalten nahezu gleich viel Restaustenit wie die beiden anderen Nickel-Legierungsvarianten.

Auch die Stabilität des Restaustenits gegenüber der verformungsinduzierten Umwandlung ist im wesentlichen gleich wie bei Legierung Ni-1, einzig die Werte für $T_{0A} = 450 \text{ °C}$ bei langsamer Zwischenkühlung (10 K/s) liegen etwas über denen der Basislegierung, und damit auch deutlich höher als in Stahl Ni-1.

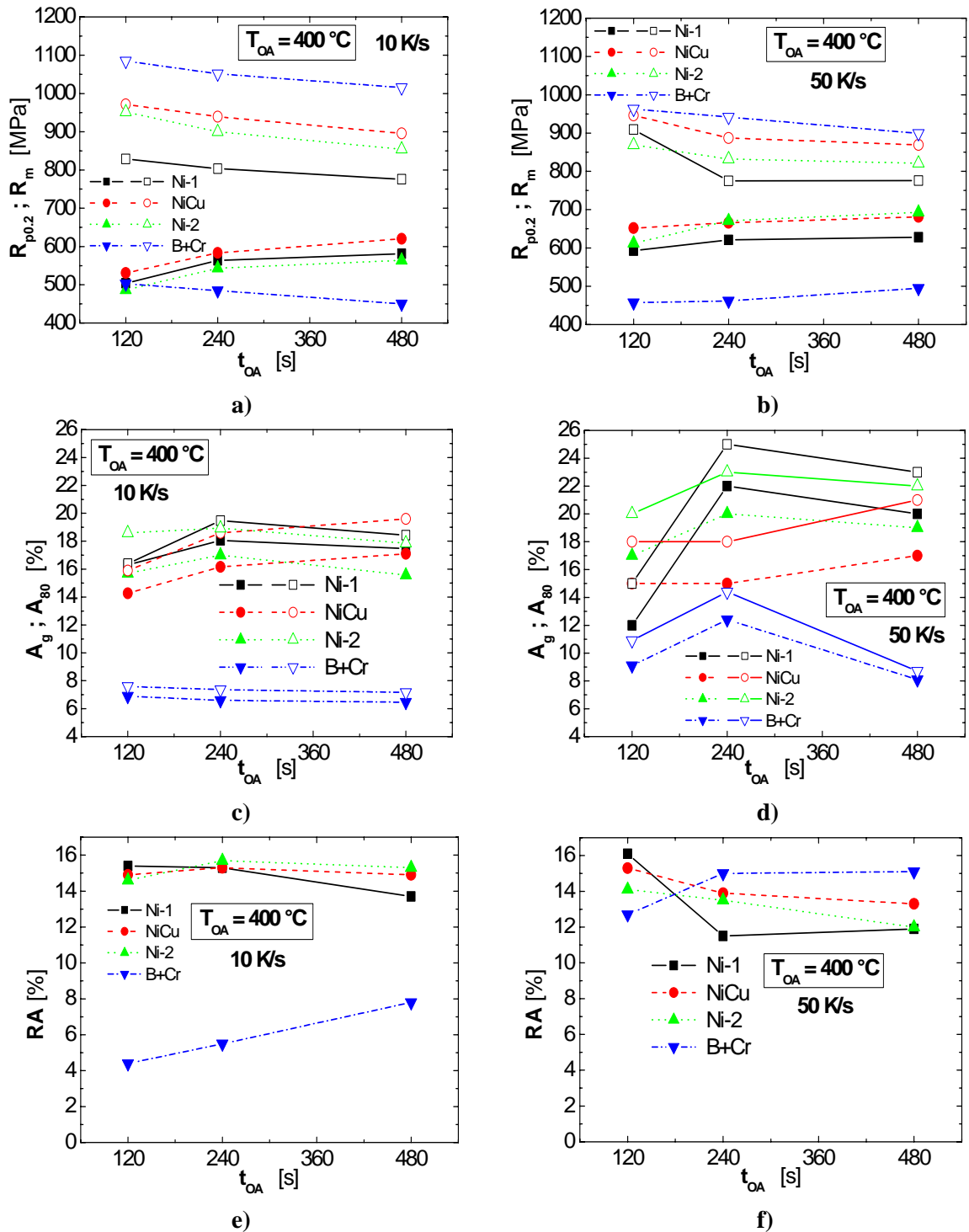


Abbildung 61. Mechanische Eigenschaften nach Overaging im Glühsimulator für **Legierungen Ni-1, NiCu, Ni-2 und B+Cr**; Vergleich für verschiedene Kühlraten (10 bzw. 50 K/s)

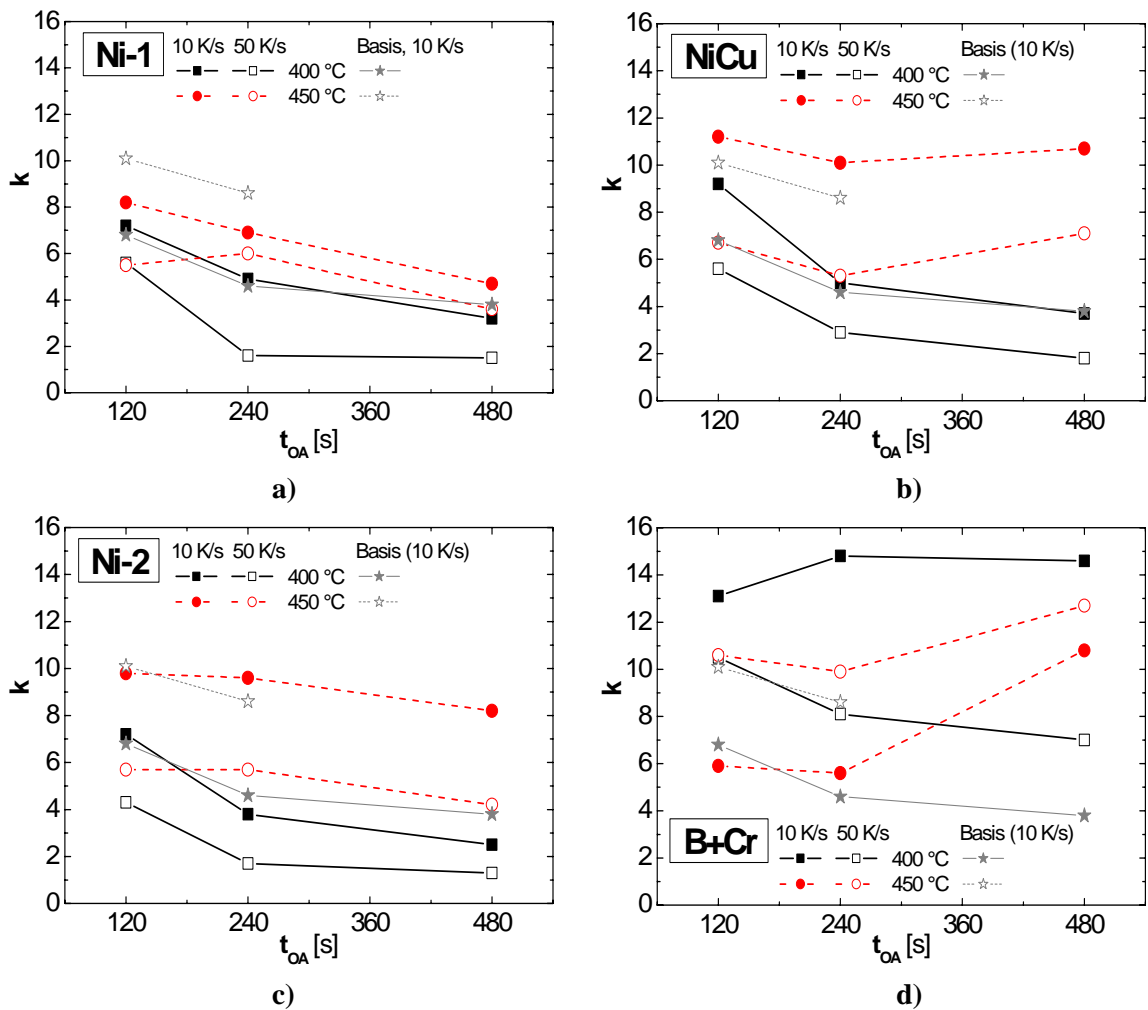


Abbildung 62. Einfluss der Overagingtemperatur und -zeit auf die Restaustenitstabilität in den Legierungen Ni-1, NiCu, Ni-2 und B+Cr

Bei der **chromlegierten Variante B+Cr** (Abbildung 61) scheinen bei einer **Kühlrate von 10 K/s** zwischen der interkritischen Glüh- und der Haltetemperatur in der Bainitzone zunächst weder die Overaging-Dauer noch die Overaging-Temperatur entscheidenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften zu haben: die Werte für Streckgrenze und Zugfestigkeit sowie für die Gleichmaß- und Bruchdehnung ändern sich kaum mit der Variation der Overagingbedingungen, wobei die Zugfestigkeit (ca. 1070 MPa) sehr hoch, und die Streckgrenze (ca. 490 MPa) und die Dehnungskennziffern A_g und A_{80} (6.5 bzw. 7.5 %) sehr niedrig sind.

Allerdings ist zu beachten, dass der Restaustenitgehalt sehr wohl von den Parametern der Overagingbehandlung abhängig ist – mit steigender Overaging-Temperatur nimmt er stark ab, während längere isotherme Haltezeiten sich positiv auf den Restaustenitanteil im Material auswirken. Obwohl die Probe nach 480 s Overaging bei 350 °C fast 12 % Restaustenit enthält, sind die Gleichmaß- und Bruchdehnung extrem niedrig, was darauf

schließen lässt, dass dieser Restaustenit sehr instabil gegenüber mechanischer Belastung ist und schon bei niedrigen Dehnungen sehr rasch umwandelt.

Für die **höhere Kühlrate (50 K/s)** zeigt sich ein mit dem der nickelhaltigen Varianten vergleichbares Verhalten. Auch hier sind $T_{OA} = 400\text{ °C}$ und $t_{OA} = 240\text{ s}$ die Overagingbedingungen, die zur besten Kombination der mechanischen Eigenschaften führen.

Insgesamt sind diese bedeutend besser als bei der niedrigen Kühlrate, vor allem in Hinblick auf die Dehnung.

Der Restaustenitgehalt nimmt wie bei der niedrigeren Kühlrate tendenziell mit steigender Overagingtemperatur ab, wobei nach einer Overagingbehandlung bei 450 °C nur mehr ein Restaustenitanteil von knapp 4 % gemessen wurde. Die relativ hohen Restaustenitmengen nach dem isothermen Halten bei 350 bzw. 400 °C sind allerdings nicht gleichbedeutend mit besseren Dehnungswerten: da der Restaustenit bei $T_{OA} = 350\text{ °C}$ und kurzen Overagingzeiten offenbar instabil gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung ist, sind die Gleichmaß- und Bruchdehnung mit knapp 8 bzw. 10 % trotzdem sehr niedrig. Hält man die Probe aber länger bei dieser Overagingtemperatur, bildet sich mehr Bainit bzw. der Austenit kann durch die Kohlenstoffanreicherung besser stabilisiert werden. Dadurch enthält die Probe zwar etwas weniger, dafür aber stabileren Restaustenit und außerdem etwas mehr Bainit, was beides zu höherer Gleichmaß- und Bruchdehnung führt.

Ähnliches gilt für die Overagingbehandlung bei 400 °C . Hier ist das ideale Verhältnis von Restaustenitstabilität und Bainitmenge allerdings bereits nach 240 s Haltezeit erreicht. Insgesamt enthält die Variante B+Cr deutlich weniger Restaustenit als die Nickel-Legierungen.

Die k -Werte für Legierung B+Cr bestätigen die Vermutungen bezüglich des Stabilisierungsverlaufes des Restaustenits: Bei $T_{OA} = 400\text{ °C}$ ist der Restaustenit weniger stabil gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung als in der Basislegierung. Bei $T_{OA} = 450\text{ °C}$ hingegen sind die k -Werte deutlich niedriger als beim Vergleichsmaterial. Allerdings sinkt die Restaustenitstabilität bei dieser hohen Overagingtemperatur bei einer Haltezeit von $t_{OA} = 480\text{ s}$ stark ab, was auf die Ausscheidung von Karbiden hindeutet.

Bei niedriger Overagingtemperatur (400 °C) wirkt sich die Erhöhung der Zwischenkühlrate positiv auf die Restaustenitstabilität aus, bei höherer Overagingtemperatur (450 °C) dagegen führt die schnellere Zwischenkühlung zu weniger stabilem Restaustenit (Abbildung 62).

Varianten SiMn-1 bis B+Mn:

Die mechanischen Eigenschaften der **Si/Mn-Varianten** nach verschiedenen Glühbehandlungen im MULTIPAS-Glüh Simulator sind in Abbildung 63.a) bis f) in einem Vergleich der Ergebnisse für $T_{OA} = 400\text{ °C}$ und die beiden untersuchten Zwischenkühlraten (10 bzw. 50 K/s) dargestellt.

Legierung SiMn-1 weist nach Zwischenkühlung mit 10 K/s bei $T_{OA} = 400\text{ °C}$ eine Zugfestigkeit von ca. 900 MPa bei einer Streckgrenze von etwa 500 MPa auf. Die Dehnungswerte liegen bei etwa $A_g = 16\%$ und $A_{80} = 19\%$. Eine höhere Kühlrate (50 K/s) wirkt sich positiv auf die mechanischen Eigenschaften der Probe aus – bei nahezu gleichbleibender Zugfestigkeit und Streckgrenze sind die Dehnungswerte mit $A_g = 20\%$ und $A_{80} = 24\%$ deutlich höher als bei langsamerer Zwischenkühlung. Die Proben enthalten nach Zwischenkühlung mit 10 K/s geringfügig weniger Restaustenit als nach schnellerer Zwischenkühlung mit 50 K/s.

Der von ca. 1.5 auf etwa 2 % erhöhte Mangengehalt in **Legierung SiMn-2** wirkt sich massiv auf die Zugfestigkeit aus: Bei beiden Zwischenkühlgeschwindigkeiten ist die Zugfestigkeit mit ca. 1200 MPa um 300 MPa höher als bei Legierung SiMn-1. Die Streckgrenze wird kaum verändert – sie liegt mit ca. 500 MPa auf dem gleichen Niveau wie bei SiMn-1. Die Gleichmaß- und die Bruchdehnung sind jedoch für beide Zwischenkühlraten deutlich schlechter als zuvor. Die Restaustenitgehalte sind bei Zwischenkühlung mit 10 K/s deutlich niedriger als in SiMn-1. Bei schnellerer Zwischenkühlung (50 K/s) enthalten die Proben deutlich mehr Restaustenit als bei langsamerer Kühlung, und bei längeren Haltezeiten sogar etwas mehr als Legierung SiMn-1. Die weitere Erhöhung des Mangengehalts auf ca. 2.5 % in **Legierung SiMn-3** bewirkt eine weitere Steigerung der Zugfestigkeit um etwa 200 MPa. Hier wird allerdings auch die Streckgrenze erhöht – und zwar um etwa 100 MPa, während die Gleichmaß- und Bruchdehnung ungefähr gleich niedrig (oder sogar noch geringfügig niedriger) sind wie bei SiMn-2. Die Kühlrate hat nahezu keinen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, auch der Restaustenitgehalt ist bei beiden Zwischenkühlraten mit 4-6 % gleich niedrig.

Variante **B+Mn** mit niedrigerem Si-, dafür aber mit 3 % extrem hohem Mangengehalt, weist mit rund 1200 – 1300 MPa eine etwa gleich hohe Zugfestigkeit auf wie SiMn-2. Die Streckgrenze ist mit knapp 600 – 800 MPa (je nach Kühlrate) sehr hoch. Bei kurzen Haltezeiten (120 s) fallen die sehr hohen Werte für Streckgrenze und Zugfestigkeit auf. Die Proben der hochmanganlegierten Variante haben etwa gleich niedrige Dehnungswerte wie SiMn-3, enthalten jedoch deutlich mehr Restaustenit, und zwar bei schnellerer Zwischenkühlung noch etwas mehr als nach langsamerer Abkühlung von der interkritischen Glüh Temperatur auf die Haltetemperatur in der Bainzone.

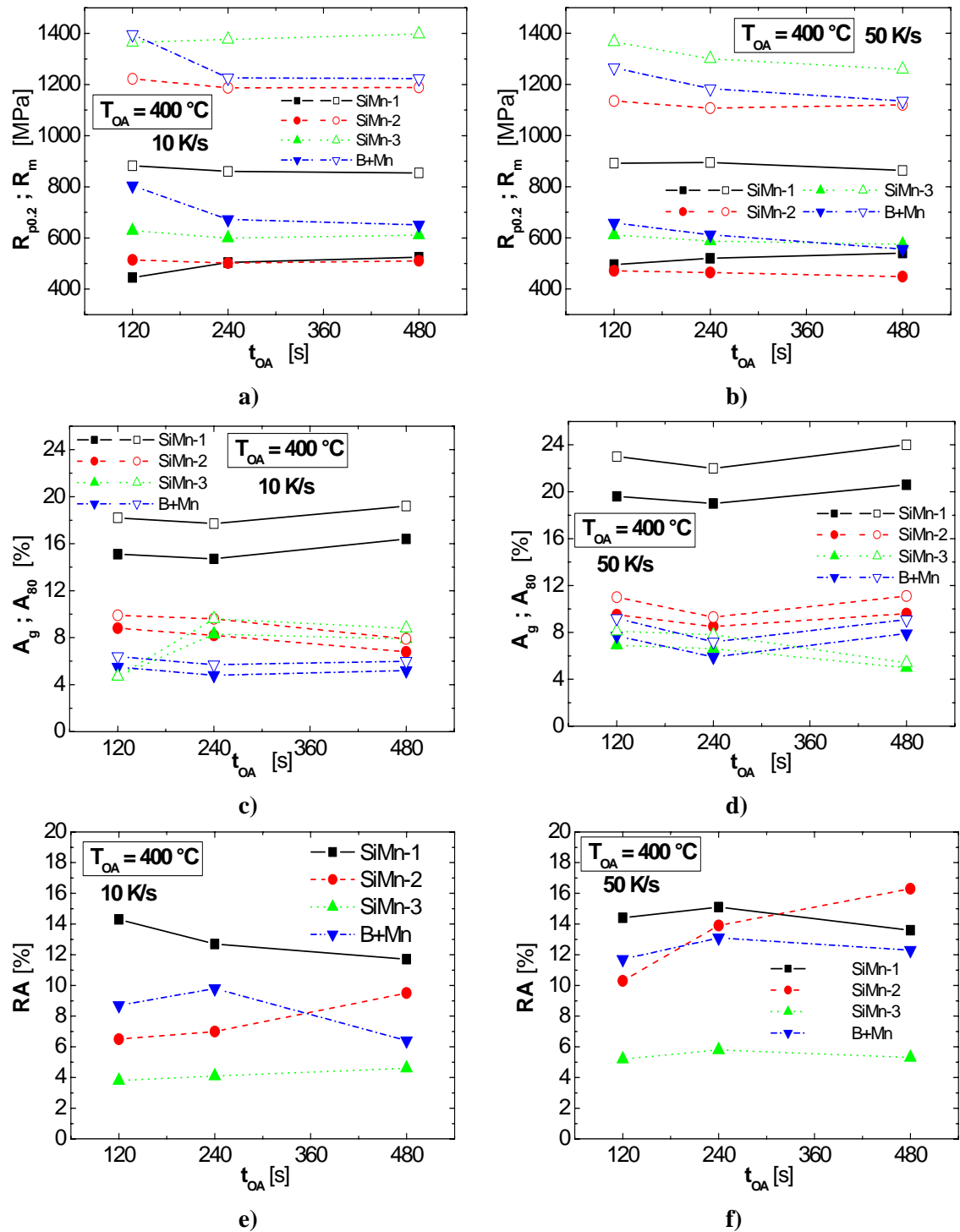


Abbildung 63. Mechanische Eigenschaften nach Overaging im Glühsimulator für Legierungen SiMn-1 bis B+Mn; Vergleich für verschiedene Kühlraten (10 bzw. 50 K/s)

Allerdings liegen die Werte für die Bruchdehnung in einigen Fällen nicht oder nur minimal über denen für die Gleichmaßdehnung, was an der Zuverlässigkeit der Messung zweifeln lässt. Beim wiederholt aufgetretenen Reißen der Zugproben außerhalb der Messlänge (Abbildung 64) bei so hohem Festigkeitsniveau werden die Ergebnisse für den Bruchdehnungswert stark verfälscht. Mit den zur Verfügung stehenden Methoden war eine zuverlässige Messung der Dehnungswerte nicht möglich.

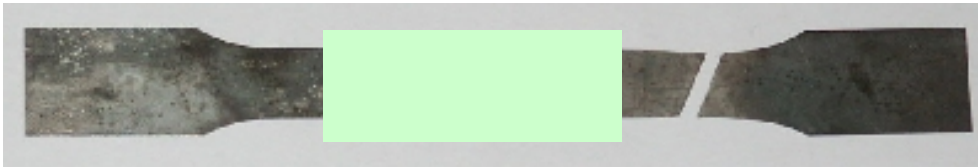


Abbildung 64. Norm-Zugprobe „F01“, die außerhalb der Messlänge (80 mm langer, grün markierter Bereich) gerissen ist

8 Diskussion

8.1 Wirkung von Molybdän und Niob

Durch Zulegieren von Molybdän wird die voreutektoide Ferritbildung massiv beeinflusst. In den Dilatometerversuchen zur Abkühlung mit verschiedenen Kühlraten nach der interkritischen Glühung wurde in der Längenänderungskurve (Δl vs. T) keine deutliche Abweichung vom linearen Verlauf als Hinweis auf eine Umwandlung gefunden, dennoch wird die Martensitstarttemperatur M_s mit niedrigeren Kühlraten zu tieferen Temperaturen verschoben.

Schätzt man mit Hilfe der in der Einleitung erwähnten Formeln den für die beobachtete Änderung der Martensitstarttemperatur notwendigen Kohlenstoffgehalt im Austenit ab, erhält man (je nach verwendeter Formel; siehe Tabelle 4) für die verschiedenen Kühlraten einen Kohlenstoffgehalt im Austenit zwischen etwa 0.60 und 1.01 %. Unter der Annahme, dass das Gefüge vor der Kühlung (nach der Glühung im interkritischen Bereich) etwa 50 % Austenit enthält (vergleiche dazu Berechnungen mit ThermoCalc in Kapitel 6), ergibt sich ein Ausgangskohlenstoffgehalt im Austenit von 0.38 %, wenn man für den Kohlenstoffgehalt des Ferrits dessen maximale Kohlenstofflöslichkeit (= 0.02 %) annimmt. Es müssten sich also während der Abkühlung mindestens zwischen 0.2 und 0.63 % Kohlenstoff zusätzlich zum Ausgangskohlenstoffgehalt im verbleibenden Austenit anreichern, was gleichbedeutend mit etwa 18 bis 32 % während der Kühlung in Ferrit umgewandelten Austenits ist.

Die Tatsache, dass in den Dilatometerkurven (Δl vs. T) für die verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten dennoch keine oder nur minimale Unterschiede in der Steigung zu erkennen sind, lässt darauf schließen, dass die Umwandlung durch den relativ hohen Molybdängehalt stark verzögert ist bzw. auf einen sehr großen Temperaturbereich ausgedehnt wird.

Insgesamt ergeben die Versuche mit den Legierungsvarianten Mo-1, Mo-2 und Mo+Nb, dass bereits 0.3 Massenprozent Molybdän zuviel für einen TRIP-Stahl sind, da dadurch nicht nur die voreutektoide Ferritbildung, sondern auch die Bainitbildung – entgegen der Literaturangaben – allzu stark verzögert wird. Dadurch kann der Restaustenit während der Abkühlung und auch durch langes isothermes Halten auf relativ niedrigen Overagingtemperaturen nicht mehr ausreichend durch Kohlenstoffanreicherung stabilisiert werden.

Tabelle 4. Berechnung des für die im Dilatometer gemessenen M_S – Temperaturen notwendigen Kohlenstoffgehalts im Austenit in Legierung Mo-1 mit Formel 1 (aus [2]) bzw. Formel 2 (aus [4]);
 C_γ Kohlenstoffgehalt im Austenit nach Kühlung; α ... Ferritanteil nach Kühlung

dT/dt	M_S	$C_\gamma(F1)$	$C_\gamma(F2)$	$\Delta C(F1)$	$\Delta C(F2)$	$\alpha(F1)$	$\alpha(F2)$	$\Delta\alpha(F1)$	$\Delta\alpha(F2)$
[K/s]	[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[-]	[-]	[-]	[-]
0.25	150	0.78	1.01	0.40	0.63	0.76	0.82	0.26	0.32
0.5	175	0.73	0.93	0.35	0.55	0.74	0.80	0.24	0.30
1	182	0.71	0.91	0.33	0.53	0.74	0.80	0.24	0.30
2	200	0.67	0.86	0.29	0.48	0.72	0.79	0.22	0.29
5	215	0.63	0.82	0.25	0.44	0.71	0.78	0.21	0.28
10	230	0.60	0.78	0.22	0.40	0.69	0.76	0.19	0.26
50	235	0.58	0.76	0.20	0.38	0.68	0.76	0.18	0.26

Die Variante Mo+Nb, bei der zur Basislegierung zusätzlich zu 0.4 – 1.0 % Molybdän auch noch 0.02 % Niob zulegiert wurden, weist eine zwischen 25 und 80 MPa (durchschnittlich 50 MPa) höhere Streckgrenze und Zugfestigkeit auf als die Variante Mo-2 ohne Niob. Dieses Ergebnis stimmt nicht ganz mit der aus der Literatur bekannten Faustregel überein, wonach 0.01 % Niob in TRIP-Stählen etwa 15 MPa an Festigkeit bringen.

Eine mögliche Erklärung ist, dass diese Faustregel nur für TRIP-Stähle gilt – und damit nicht für die hier erzielten Legierungen mit DP-Verhalten: Bei TRIP-Stählen kompensieren sich normalerweise zwei entgegengesetzte Wirkungen der geringeren Ferritkorngröße teilweise: Einerseits wirkt sich die Feinkörnigkeit nach der Hall-Petch-Beziehung (siehe Gleichung 8.1; die Reibspannung ist σ_s als „Spannung, bei der der Werkstoff mit sehr großer Korngröße fließen würde“ definiert [160]) positiv auf die Festigkeit aus, andererseits erleichtern die feinen Ferritkörner auch die voreutektoide Ferritbildung, die auf Kosten des Restaustenitgehalts geht. Die Kornfeinung durch Niob müsste also eigentlich mehr als die zitierten 15 MPa Festigkeitssteigerung pro 0.01 Gew.% bringen, dieser Effekt wird aber im TRIP-Stahl durch die Ferritbildung während der Zwischenkühlung (= Verringerung des Restaustenitgehalts) zum Teil wieder zunichte gemacht. Im vorliegenden Fall wird diese voreutektoide Ferritbildung allerdings durch den zu hohen Molybdängehalt unterdrückt, sodass es effektiv nur noch zur Verfestigung durch Kornfeinung kommt.

Die Werte für den Korngrenzenwiderstand k_y liegen zwischen 15-18 MPa mm^{-1/2} für ferritisch-perlitische Stähle und 22-27 MPa mm^{-1/2} für Reineisen bzw. Stahl mit 0.1 % C [160]. Gladman und Pickering beschreiben in einer Veröffentlichung aus dem Jahr 1983 [161] die Anwendung von Gleichungen vom Petch-Typ zur Beschreibung bzw.

Vorhersage der Effekte der Korngröße auf die mechanischen Eigenschaften ferritisch-perlitischer, austenitischer, bainitischer und anderer Mikrostrukturen. *Gladman* und *Pickering* geben Formeln zur Berechnung der verschiedenen Einflussgrößen (vor allem für die Reibspannung σ_r) in der Hall-Petch-Beziehung in Abhängigkeit von z.B. der Legierungszusammensetzung oder dem Anteil der perlitischen Phase an. Für den Korngrenzenwiderstand k_y werden allerdings keine für die hier untersuchten Legierungszusammensetzungen zutreffenden Formeln genannt. Für TRIP-Stähle wurden keine Literaturangaben gefunden.

$$\sigma_y = \sigma_r + k_y \cdot d^{-1/2} \quad \text{Gleichung 8.1}$$

mit σ_y Streckgrenze k_y Korngrenzenwiderstand (an Streckgrenze)
 σ_r Reibspannung d Ferrit-Korndurchmesser

Die an den Proben Mo-2 und Mo+Nb (gleicher Molybdäengehalt; einmal mit und einmal ohne Niob-Zulegierung) gemessene Verringerung der Ferritkorngröße von 1.8 auf 1.4 μm sollte demnach – je nach verwendetem Wert für den Korngrenzenwiderstand k_y – zwischen 47 und 80 MPa Festigkeitszuwachs bewirken.

Berücksichtigt man außerdem auch noch, dass das Niob zumindest zum Großteil in Form von Karbiden als Ausscheidung vorliegt und daher vor allem auch durch Ausscheidungshärtung zur Festigkeitssteigerung beiträgt, sind die gemessenen Werte für die Zugfestigkeit plausibel.

Bei der Anwendung der Hall-Petch-Beziehung auf die Zugfestigkeit ist zu beachten, dass die Gleichung 8.1 in ihrer ursprünglichen Form für die Streckgrenze gilt, und dass die Gültigkeit dieser Beziehung im Verfestigungsbereich nur eingeschränkt gegeben ist: Allerdings lässt sich die Hall-Petch-Beziehung *Dahl et al.* [160] zufolge auch auf den weiteren Verlauf der Fließkurve (im Bereich der plastischen Verformung) ansetzen.

Abbildung 65 zeigt für einen unlegierten Stahl mit 0.089 % C bei verschiedenen Dehnungen ε den linearen Zusammenhang zwischen der Fließspannung σ_ε und dem Kehrwert der Wurzel aus dem mittleren Ferritkorndurchmesser:

$$\sigma_\varepsilon = \sigma_r + k_\varepsilon \cdot d^{-1/2} \quad \text{Gleichung 8.2}$$

mit σ_ε Fließspannung bei Dehnung ε k_ε Korngrenzenwiderstand bei Dehnung ε
 σ_r Reibspannung d Ferrit-Korndurchmesser

In Abbildung 66 ist der Verlauf des Korngrenzenwiderstandes k_ϵ für verschiedene Temperaturen und Dehnungen dargestellt. Im Vergleich zum Korngrenzenwiderstand an der Streckgrenze k_y liegt der k_ϵ -Wert bei geringer Dehnung deutlich niedriger und steigt mit zunehmenden ϵ -Werten auf ein etwa konstantes Niveau an, das, vor allem bei höheren Temperaturen, den größten Teil der homogenen Verformung umfasst. Auch in diesem Bereich sind die k_ϵ -Werte niedriger als k_y . Dieses Verhalten ist typisch für Stähle mit ausgeprägter Streckgrenze, während bei anderen Werkstoffen vielfach ein vom Wert k_y ausgehender Anstieg des Korngrenzenwiderstandes gefunden wird [160].

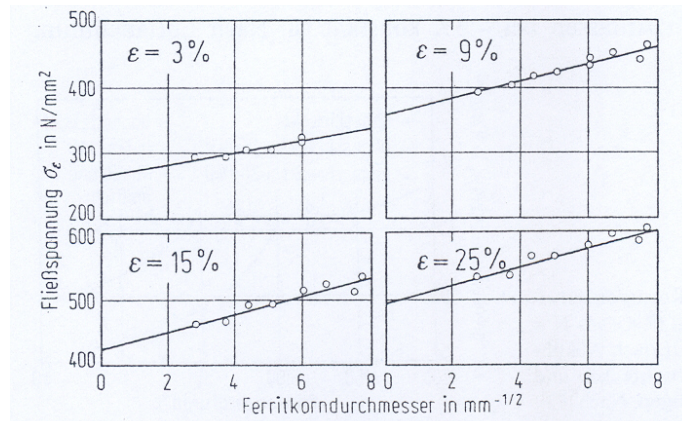


Abbildung 65. Abhängigkeit der Fließspannung σ_ϵ bei einer bestimmten Dehnung ϵ vom Kehrwert der Wurzel aus dem mittleren Ferritkorndurchmesser d bei einem Stahl mit 0.089 % C. Nach *Dahl* [160].

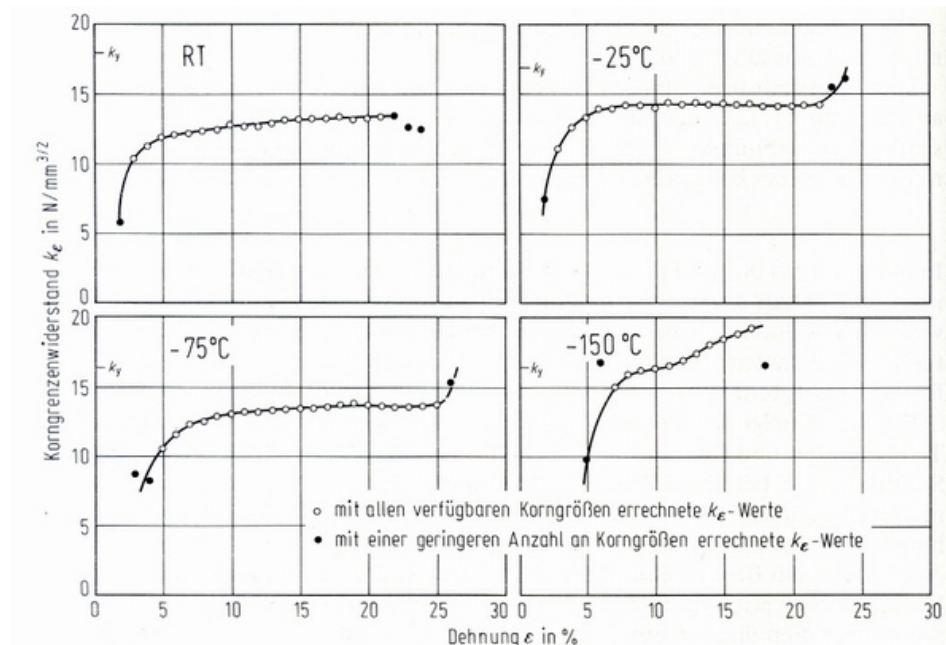


Abbildung 66. Korngrenzenwiderstand k_ϵ in Abhängigkeit von der Dehnung ϵ für denselben Stahl wie in Abbildung 65 bei verschiedenen Prüftemperaturen. Nach *Dahl* [160].

H. Fischmeister und *B. Karlsson* geben in einer Arbeit aus dem Jahr 1977 [162] eine allgemeinere Form der Hall-Petch-Beziehung zur Beschreibung des Fließverhaltens von Vielkristallen an. Hierzu verwenden sie die ursprüngliche Form der Hall-Petch-Beziehung und führen unter Bezugnahme auf *Petch* bzw. *Petch und Li* bzw. *Chou* dehnungsabhängige Beschreibungen für die Reibspannung σ_r (Gleichung 8.3) bzw. den Korngrenzenwiderstand k_ε (Gleichung 8.4) ein.

$$\sigma_r = \sigma_{r0} + A \cdot \varepsilon \quad \text{Gleichung 8.3}$$

Für Werkstoffe hoher Stapelfehlerenergie (z.B. Ferrit) findet man eine geringere Dehnungsabhängigkeit der Reibspannung σ_r , ε^n mit $n < 1$.

Verfestigung durch gelöste Fremdatome oder schneidbare (kohärente) Teilchen erhöht σ_{r0} ; inkohärente Teilchen erhöhen die Konstante A .

$$k_\varepsilon = k_0 + B \cdot \varepsilon^{1/2}, \quad \text{Gleichung 8.4}$$

Bei k_0 und B in Gleichung 8.4 handelt es sich um Stoffkonstanten (die letztere enthält u.a. den Burgersvektor).

Zusammenfassend schreiben *Fischmeister* und *Karlsson*:

$$\sigma_\varepsilon = \sigma_{r0} + A \cdot \varepsilon^n + (k_0 + B \cdot \varepsilon^{1/2}) \cdot d^{-1/2}, \quad \text{Gleichung 8.5}$$

hierin ist d der Versetzungslaufweg (der von den Korngrenzen bestimmt wird bzw. in der Hall-Petch-Beziehung ersetzt werden kann durch den Korndurchmesser) und die Konstanten A und B spiegeln die Dehnungsabhängigkeit der Reibspannung bzw. des Korngrenzenwiderstandes wider. Weiter heißt es in [162]: „Die Dehnungsabhängigkeit des Korngrenzenwiderstandes ist besonders bei Metallen mit niedriger Stapelfehlerenergie (z.B. α -Messing) ausgeprägt. Bei Stoffen mit hoher Stapelfehlerenergie, und vorzugsweise mit kubisch-raumzentrierter Struktur, verliert B gegenüber k_0 an Bedeutung; der Korngrenzenwiderstand wird unabhängig von der Dehnung. Dies trifft auch für Ferrit zu. – Bei Stoffen mit hoher Stapelfehlerenergie bilden die Versetzungen bereits bei geringer Dehnung ein Netzwerk. Die Maschenweite dieses Netzwerkes begrenzt dann anstelle der Korngrenzen den freien Versetzungslaufweg. (Beim Ferrit tritt dies etwa bei $\varepsilon = 0.05$ % ein.) Doch scheint die Maschenweite des Netzwerkes in solchen Fällen in einem konstanten Verhältnis zur Korngröße zu stehen, so dass sich an der äußeren Form der Korngrößenabhängigkeit mit $\lambda^{1/2}$ nichts ändert. Die Verfestigung des Ferrits ist somit hauptsächlich vom Term A

bestimmt. – Im Lüdersbereich ist der Korngrenzenwiderstand natürlich stark von Vorgeschichte, Fremdatomgehalt und Dehngeschwindigkeit abhängig.

Abbildung 67 zeigt die Anwendung von Gleichung 8.5 für Ferrit und α -Messing. Das unterschiedliche Gewicht des Terms B ist deutlich zu sehen. Für die Fließkurven bis zu den höchsten hier untersuchten Dehnungswerten („EXP“ in Abbildung 67) erweist sich Gleichung 8.5 als eine voll ausreichende Beschreibung.“

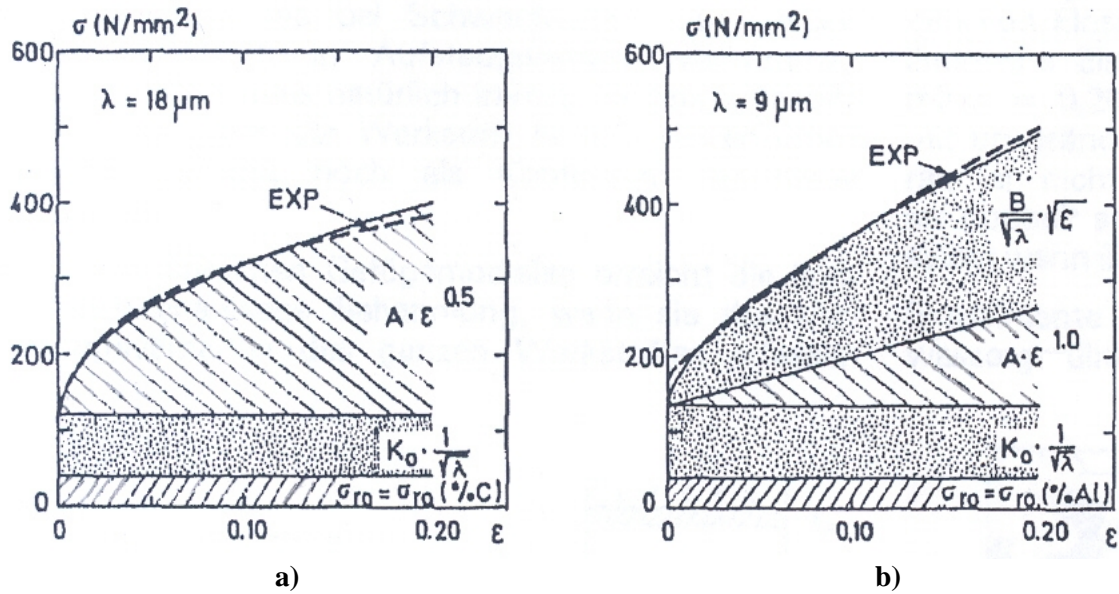


Abbildung 67. Verfestigungsbeiträge verschiedener Mechanismen (Gleichung 8.5);

- a) Ferrit: $\sigma_{r0} = 40 \text{ N/mm}^2$; $A = 626 \text{ N/mm}^2$, $k_0 = 10.7 \text{ N/mm}^2$, $B = 0$.
 b) α -Messing: $\sigma_{r0} = 43 \text{ N/mm}^2$; $A = 625 \text{ N/mm}^2$, $k_0 = 8.8 \text{ N/mm}^2$,
 $B = 48 \text{ N/mm}^{3/2}$. Nach *Fischmeister* und *Karlsson* [162].

Die Aussagen von *Dahl* und *Fischmeister* widersprechen einander nur scheinbar: *Dahl* beschreibt den Korngrenzenwiderstandes für einen unlegierten Stahl anhand experimenteller Daten als **dehnungsabhängig**, während *Fischmeister* zufolge k_ϵ nahezu **dehnungsunabhängig** sein soll.

k_ϵ steigt jedoch auch in *Dahls* Beschreibung mit zunehmenden ϵ -Werten auf ein etwa **konstantes Niveau** an, das, vor allem bei höheren Temperaturen (Raumtemperatur), den größten Teil der homogenen Verformung umfasst. Zumindest für höhere Dehnungswerte (etwa für $\epsilon > 5\%$) ist k_ϵ also wieder annähernd unabhängig von ϵ .

Bei näherer Betrachtung wird deutlich, dass die Dehnungsabhängigkeit der von *Dahl* gezeigten Daten bei Raumtemperatur sogar ausgezeichnet der in Gleichung 8.5 verwendeten Beschreibung $B \cdot \epsilon^{1/2}$ *Fischmeisters* entspricht. Wenn man der von *Fischmeister* in der verbalen Beschreibung seines Ansatzes verwendeten Formulierung, dass „ B gegenüber k_0 an Bedeutung verliert“, größeres Gewicht verleiht als seiner

vereinfachenden Annahme in der grafischen Darstellung, dass B für Ferrit Null ist, dann verschwindet der Unterschied zwischen den Ansätzen von *Fischmeister* bzw. *Dahl*. Besonders für große Dehnungswerte (also im Verfestigungsbereich) stimmen die beiden Quellen darin überein, dass die Dehnungsabhängigkeit des Korngrenzenwiderstandes für Ferrit sehr gering ist. Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Anwendung der Hall-Petch-Beziehung für Ferrit auch im Verfestigungsbereich (also auf die Änderung der Zugfestigkeit mit der Korngröße) zulässig ist.

Möglicherweise sind Legierungen mit den hier verwendeten Molybdän- und Niobkonzentrationen besser für vollbainitische TRIP-Stähle geeignet als für die konventionellen „Multiphasen-TRIP-Stähle“: Sowohl *Sugimoto et al.* [16, 130] als auch *Bouet et al.* [147] verwenden unter anderem Molybdän-Legierungen für ihre vollbainitischen TRIP-Stähle.

8.2 Wirkung von Nickel, Kupfer und Chrom

8.2.1 Nickel und Kupfer

In einigen Ergebnissen wird deutlich, dass die Nickel-/Kupfer-Legierungsvarianten besonders empfindlich auf eine Änderung der Kühlrate reagieren.

In den Versuchen zur Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften (nach einer Overagingbehandlung) von der interkritischen Glüh­temperatur wurde beobachtet, dass die Variation der interkritischen Glüh­temperatur zwischen 780 °C und 840 °C nur relativ geringen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Legierungen Ni-1; NiCu, Ni-2 und B+Cr hat. Allerdings ist der Unterschied der mechanischen Eigenschaften für die beiden Kühlraten auffallend: Während die Zugfestigkeit bei beiden Kühlraten etwa gleich groß ist, liegt die Streckgrenze nach der langsameren Kühlung (10 K/s) etwas unterhalb jener nach schnellerer Kühlung (50 K/s). Der Restaustenitgehalt hingegen ist deutlich größer, wenn man langsamer kühlt. Die Unterschiede zwischen den mechanischen Eigenschaften sind dabei tendenziell bei hohen interkritischen Glüh­temperaturen etwas größer als bei niedrigeren.

Diese Beobachtungen lassen sich mit der Bildung unterschiedlicher Bainitmengen bei Anwendung der beiden Kühlraten erklären: Bei der schnelleren Kühlung bildet sich weniger voreutektoider Ferrit, dafür kann beim isothermen Halten bei 400 °C mehr Austenit in Bainit umwandeln – das Gefüge der schnell gekühlten Probe enthält also weniger voreutektoiden Ferrit, mehr Bainit und weniger Austenit als das der langsam gekühlten Probe, bei der durch voreutektoide Ferritbildung mehr Kohlenstoff im Austenit

angereichert wird und in der isothermen Haltephase weniger Bainit gebildet wird. Das führt zu einer höheren Streckgrenze für das schneller gekühlte Material. Dass die Zugfestigkeit dennoch für beide Kühlraten fast gleich groß ist, könnte dadurch erklärt werden, dass sich die Effekte der geringeren Bainitmenge und des größeren Austenitanteils bei der langsameren Kühlung kompensieren.

Die unterschiedlichen Dehnungswerte für die verschiedenen interkritischen Glühtemperaturen lassen sich durch die Temperaturabhängigkeit der bei der Glühung im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet gebildeten Austenitmenge erklären: Nach dem isothermen Halten bei $T_{IK} = 780\text{ °C}$ enthalten die Proben der Legierungen Ni-1 und NiCu weniger Austenit als nach Glühung bei höheren Temperaturen. Bei fast allen mit diesen beiden Stählen durchgeführten Overagingversuchen ist für $T_{IK} = 780\text{ °C}$ auch die Dehnung (A_g und A_{80}) deutlich niedriger als für hohe interkritische Haltetemperaturen, während sich der Restaustenitgehalt nach dem isothermen Halten in der Bainitzone kaum ändert bzw. nur geringfügig höher ist. Diese Zusammenhänge deuten darauf hin, dass sich wegen der geringeren Austenitmenge, die nach der Glühung im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet im Gefüge vorhanden ist, während der weiteren Wärmebehandlung weniger Bainit bilden kann, was zu den niedrigeren Dehnungswerten im resultierenden Material führt.

Bei hohen interkritischen Haltetemperaturen ($T_{IK} \geq 800\text{ °C}$) wird entsprechend mehr Austenit gebildet, der einen niedrigeren Kohlenstoffgehalt aufweist als bei niedrigen Temperaturen entstandener Austenit. Bei langsamer Kühlung (10 K/s) kann sich durch Bainitbildung mehr Kohlenstoff im Austenit anreichern, wodurch der Austenit stabiler wird, als bei schnellerer Kühlung mit 50 K/s. Damit lassen sich auch die hohen Werte für die Dehnung und den Restaustenitgehalt bei langsamer bzw. die niedrigen Werte für die Dehnung und den Restaustenitgehalt bei schneller Zwischenkühlung erklären.

Die für alle 3 Nickel/Kupfer-Legierungsvarianten bei Overagingtemperaturen bis 425 °C (im Vergleich mit den langsamer gekühlten Proben) deutlich geringeren Austenitanteile in den mit 50 K/s am schnellsten abgekühlten Dilatometerproben sowie die in den lichtmikroskopischen Untersuchungen nach schneller Abkühlung gefundenen braunfleckigen hellen Körnern könnten auf vorbainitische Martensitbildung zurückzuführen sein. Eine mögliche andere Ursache dafür wäre die Bildung von Ferrit während der Kühlung, was allerdings bei derart hohen Kühlraten nicht wahrscheinlich erscheint.

In den weiteren Versuchen wurden jedoch keine eindeutigen Hinweise auf Martensitbildung bereits während der schnellen Zwischenkühlung gefunden – diese Vermutung konnte weder durch die Dilatometerversuche (Abkühlung mit Kühlratenwechsel), noch den Restaustenitgehalt, die mechanischen Eigenschaften oder die Analyse der Mikrostruktur (nach den Abschreckversuchen bei verschiedenen Temperaturen in der Bainitzone) einwandfrei bestätigt werden.

8.2.2 Chrom

Die chromhaltige Legierungsvariante B+Cr reagiert ebenfalls sehr empfindlich auf die Geschwindigkeit der Zwischenkühlung.

Bei den Overagingversuchen im Dilatometer nach langsamer Abkühlung mit 5 K/s wird auffallend wenig Bainit gebildet. Da hier vermutlich bereits während der langsamen Zwischenkühlung relativ viel voreutektoider Ferrit gebildet wird (vgl. Abkühlung im Dilatometer nach interkritischer Glühung), kann in der Overagingzone nur mehr sehr wenig Austenit in Bainit umwandeln. Zusätzlich kann sich der Kohlenstoff besser im Austenit anreichern als bei einer schnelleren Zwischenkühlung, dadurch wird der Austenit stabilisiert und die Bainitbildung wird verzögert.

Bei der mittleren Zwischenkühlgeschwindigkeit (10 K/s) wandelt bei $T_{OA} = 350\text{ °C}$ und 375 °C noch etwas mehr Austenit um, oberhalb von 400 °C nimmt jedoch mit steigenden Haltetemperaturen die thermodynamische Treibkraft für die Bainitbildung bereits ab. Dass die Proben nach der Overagingbehandlung im Dilatometer dennoch mit steigender Haltetemperatur weniger Restaustenit enthalten, obwohl weniger Austenit in Bainit umwandelt, kann durch die Bildung von Martensit während der abschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur erklärt werden. Dabei wird umso mehr Martensit gebildet, je weniger der Austenit durch Bainitbildung gegen die thermische Bildung von Martensit stabilisiert werden kann – es bleibt mit steigender Overagingtemperatur also immer weniger Restaustenit im Gefüge erhalten.

Bei Anwendung der höchsten Kühlrate (50 K/s) ist in der Abkühlkurve vor dem isothermen Halten im Gegensatz zu den niedrigeren Kühlraten keine Ferritbildung mehr zu beobachten (Abbildung 68). Damit lässt sich auch die besonders große Höhe der Δl_{norm} vs. t – Kurven während des isothermen Haltens erklären, da durch die fehlende Ferritbildung während der Zwischenkühlung noch mehr Austenit im Gefüge vorhanden ist. Außerdem ist der Austenit noch dazu umwandlungsfreudiger, als wenn er bei Ferritbildung durch die Kohlenstoffanreicherung thermodynamisch stabilisiert worden wäre.

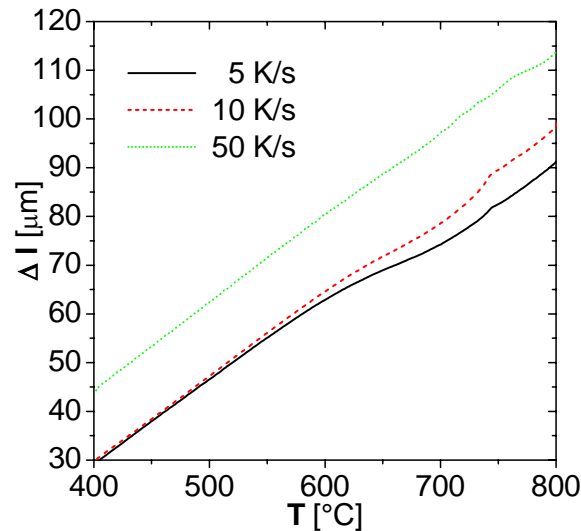


Abbildung 68. Vergleich Längenänderungskurven für verschiedene Zwischenkühlraten nach interkritischer Glühung ($T_K = 800 \text{ °C}$; $t_K = 60 \text{ s}$) im Dilatometer für Legierung B+Cr

Im übrigen ergeben die Dilatometerkurven ein sehr ähnliches Bild wie bei der langsameren Abkühlung mit 10 K/s – auch hier wandelt bei höheren Overagingtemperaturen nur noch wenig Austenit um, und es bleibt beim einstufigen Verlauf der Bainitbildung. Selbst bei hohen Haltetemperaturen in der Bainitzone ($T_{OA} = 450 - 475 \text{ °C}$) ist also in der normierten Längenänderungskurve aus der Dilatometermessung keine zweistufige Umwandlung zu erkennen – der einstufige Verlauf und das geringe Ausmaß der Umwandlung sprechen für eine unvollständige Bainitbildung, bei der es nicht zur Ausscheidung von Karbiden kommt.

Ein weiterer Hinweis auf die unvollständige Umwandlung ist in den Δl vs. T – Kurven aus den Dilatometerversuchen zu finden: Bei den betreffenden Overagingtemperaturen ist während der abschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur (nach dem isothermen Halten) deutlich die Bildung von Martensit zu erkennen. Auch die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften der Legierungsvariante B+Cr mit der Overagingtemperatur und -dauer lässt keine ausgeprägte Karbidbildung während des isothermen Haltens im Rahmen der TRIP-Wärmebehandlung vermuten.

Diese Beobachtungen stehen allerdings scheinbar im Widerspruch zur Tatsache, dass Chrom ein starker Karbidbildner ist. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass sich ein Teil an zulegiertem Chrom bereits im Warmband in Form von chrom- und manganreichen Karbiden ausscheidet. Im Rahmen der Untersuchungen im Transmissions-Elektronenmikroskop wurden tatsächlich im Ferrit Zementit-Teilchen mit hohen Chrom- und Mangangehalten gefunden (siehe Abbildung 55 auf Seite 94 und Abbildung 69).

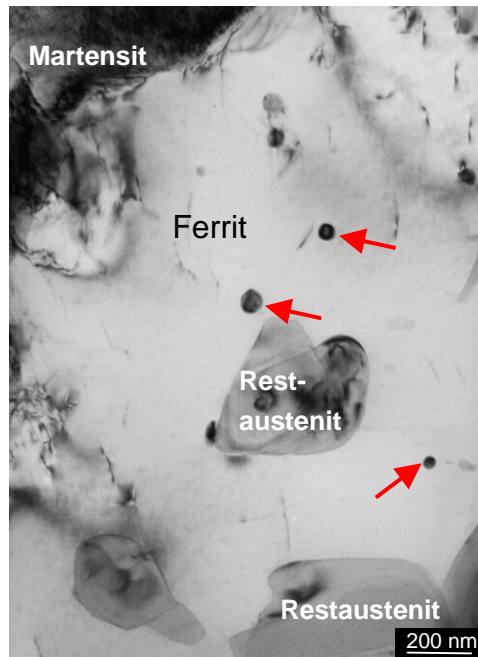


Abbildung 69. Mn- und Cr-reiche Zementitpartikel (Pfeile) in einer Probe der Legierung B+Cr

Im Karbid zumindest teilweise gebunden, beeinflusst das Chrom die weiteren Umwandlungsvorgänge im Kaltband nur noch in geringerem Ausmaß. Auch nach Vergleich mit den TEM-Untersuchungen an einer bei 400 °C isotherm gehaltenen Probe ($t_{0A} = 480$ s) liegt der Schluss nahe, dass die gefundenen Karbidausscheidungen aus dem Warmband-Gefüge stammen, da diese relativ groß (30 – 50 nm) sind und einen stark erhöhten Mangan- und Chrom-Gehalt aufweisen. Die Anreicherung mit diesen Elementen, die beide einen kleinen Diffusionskoeffizienten aufweisen, kann nicht bei dieser relativ niedrigen Overagingtemperatur erfolgt sein, sondern viel wahrscheinlicher bereits bei den höheren Temperaturen im Haspel.

Wenn aber das gesamte Chrom als Karbid ausgeschieden sein sollte, dürfte es keinen so ausgeprägten Einfluss mehr auf die stattfindenden Phasenumwandlungen haben. Berechnet man die Menge des theoretisch durch die Bildung von (stöchiometrisch möglichen) Chromkarbiden gebundenen Kohlenstoffs, erhält man unter der Annahme, dass bei einem Chromgehalt unter 7 Massen-% Cr_7C_3 stabiler als $Cr_{23}C_6$ ist [54], 0.059 (Massen-%). Daher müsste sich der TRIP-Stahl ähnlich verhalten wie mit einem Kohlenstoffgehalt von nur 0.14 % (statt 0.2 %). Dies würde – verglichen mit der Basislegierung – eine extreme Änderung des Umwandlungsverhaltens bzw. der mechanischen Eigenschaften des Materials bedeuten.

Es ist also davon auszugehen, dass das zulegierte Chrom nur zum Teil als Karbid ausgeschieden ist – eine Kombination der Effekte von gelöstem und ausgeschiedenem Chrom ist am wahrscheinlichsten.

Bei den Restaustenitgehalten nach der Overagingbehandlung im Dilatometer fällt besonders auf, dass bei Zwischenkühlung mit 50 K/s die Proben bei 350 bzw. 375 °C weniger Restaustenit enthalten als bei höheren Overagingtemperaturen. Vergleicht man hierzu die lichtmikroskopischen Gefügebilder, lässt sich – ähnlich wie bereits bei den Nickel-/Kupfer-Legierungsvarianten beschrieben – aufgrund der braunschattierten Körner im Gefüge darauf schließen, dass es bei der schnellen Abkühlung auf diese tiefen Haltetemperaturen zur Bildung von vorbainitischem Martensit kommt, was den Restaustenitgehalt verringert.

8.3 Wirkung von Mangan und Silizium

Die im Dilatometer bei der Abkühlung nach vollständiger Austenititsierung beobachtete, im Vergleich mit den anderen SiMn-Legierungsvarianten höhere Martensitstarttemperatur für SiMn-1 ist ein deutlicher Hinweis auf eine Kohlenstoffumverteilung (bzw. Kohlenstoffanreicherung im Austenit) durch eine ferritische Umwandlung. Dass diese ferritische Umwandlung nur in dieser Legierung vorkommt, lässt sich damit erklären, dass durch den gegenüber der Basiszusammensetzung erhöhten Silizium- und gleichzeitig etwas abgesenkten Mangangehalt der Ferrit stabilisiert wird.

Die Karbidbildung während des isothermen Haltens kann in den Silizium/Mangan-Legierungsvarianten erfolgreich unterdrückt werden – es kommt erst bei sehr hohen Overagingtemperaturen zur Ausscheidung von Zementit, im Fall der Schmelze B+Mn mit 3 % Mangananteil kann sie bei den untersuchten Overagingbedingungen sogar ganz unterdrückt werden.

Die extreme Umwandlungsfreudigkeit des Austenits in Bainit während des isothermen Haltens bei Variante B+Mn kann dadurch erklärt werden, dass das Gefüge nach der interkritischen Glühung bei 800 °C etwa 75 % Austenit enthält. Dieser weist im Vergleich mit den anderen Legierungen, die 50 % oder weniger Austenit enthalten, einen wesentlich geringeren Kohlenstoffgehalt auf und wandelt daher in der Overagingzone entsprechend leicht in Bainit um. Dass während der Zwischenkühlung noch keine (oder zumindest nur in geringem Ausmaß) Umwandlung stattfindet, ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass Mangan stark umwandlungsverzögernd wirkt. Die verzögernde Wirkung des Mangans auf die Bildung von Ferrit bzw. Bainit ist damit zu erklären, dass es im Fe-C-Phasendiagramm das Austenit-Gebiet stark erweitert. Zusätzlich zu diesem

thermodynamischen Effekt reichert sich *Liu et al.* [40] zufolge Mangan an den ursprünglichen Austenitkorn Grenzen an und behindert dort die Ferrit-Keimbildung. Diese Unterdrückung der Ferritausscheidung durch die Mangananreicherung an den ursprünglichen Austenitkorn Grenzen ist ebenfalls auf die austenitstabilisierende Wirkung dieses Legierungselements zurückzuführen, da an Stellen mit hoher Mangankonzentration die A_3 -Temperatur stark herabgesetzt wird (siehe Abbildung 9).

8.4 Überblick über die Wirkungen der Legierungselemente

In der folgenden Tabelle sind die Wirkungen der einzelnen Legierungselemente auf die stattfindenden Phasenumwandlungen und die Wärmebehandlungsschritte, für die diese Phasenumwandlungen relevant sind, zusammengefasst:

Tabelle 5. Einfluss der Legierungselemente auf die stattfindenden Phasenumwandlungen (im Vergleich mit der Basislegierung) und die TRIP-Wärmebehandlung

	beeinflusste Phasenumwandlung	Wärmebehandlungsschritt
Mo	<ul style="list-style-type: none"> voreutektoide Ferritbildung und Bainitbildung extrem verzögert 	Zwischenkühlung
Nb	<ul style="list-style-type: none"> Niob-Karbide fördern voreutektoide Ferritbildung und Kornfeinung 	Zwischenkühlung
Ni	<ul style="list-style-type: none"> voreutektoide Martensitbildung bei zu hoher Zwischenkühlrate deutlich erhöhte Bainitmenge höhere Restaustenit-Stabilität 	Zwischenkühlung
Cu	<ul style="list-style-type: none"> voreutektoide Martensitbildung bei zu hoher Zwischenkühlrate deutlich erhöhte Bainitmenge 	Zwischenkühlung
Cr	<ul style="list-style-type: none"> voreutektoide Martensitbildung bei zu hoher Zwischenkühlrate Martensitbildung beim abschließenden Abschrecken auf Raumtemperatur 	Zwischenkühlung, Overagingbehandlung, Abschrecken auf Raumtemperatur
Si	<ul style="list-style-type: none"> Ferritbildung begünstigt Karbidbildung unterdrückt 	Zwischenkühlung
Mn	<ul style="list-style-type: none"> Austenitbildung begünstigt (voreutektoide) Ferrit-Keimbildung behindert Karbidbildung unterdrückt 	interkritische Glühung, Zwischenkühlung, Overagingbehandlung

9 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden anhand von zwölf Stählen verschiedene Möglichkeiten zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten, niedrig legierten TRIP-Stählen untersucht, um ein besseres Verständnis der festigkeitssteigernden Mechanismen zu erhalten.

Der Einfluss der Legierungselemente auf den Phasenanteil des im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet gebildeten Austenits sowie der gemäß dem T_0 -Konzept durch diffusionslose Umwandlung maximal erreichbare Kohlenstoffgehalt im Austenit wurden mittels thermodynamischer Berechnungen mit dem Programm ThermoCalc abgeschätzt.

Die Rekristallisationskinetik, die Auflösung von Zementit und die Austenitbildung wurden anhand von Glühversuchen im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet mit unterschiedlichen Haltetemperaturen und -zeiten und anschließendem Abschrecken in Wasser untersucht.

Zusätzlich wurde die Wirkung der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten während des Abkühlens studiert, indem Proben im Dilatometer nach vollständiger Austenitisierung mit verschiedenen Kühlraten auf Raumtemperatur abgekühlt wurden.

Nach Auswertung dieser theoretischen und experimentellen Ergebnisse wurden die Bedingungen für die Glühbehandlung im $\alpha+\gamma$ -Zweiphasengebiet festgelegt. In Glühsimulationen und weiteren Dilatometerversuchen wurden der Einfluss der unterschiedlichen Kühlraten nach der interkritischen Glühung sowie der Parameter für das isotherme Halten in der Overagingzone auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften untersucht. Um die einzelnen Phasen im Gefüge der Proben im Lichtmikroskop möglichst genau unterscheiden zu können, wurde eine Ätzung mit Nital mit einer speziellen Farbätzung (nach Klemm) kombiniert. Detailliertere Untersuchungen einiger ausgewählter Proben wurden im Transmissionselektronenmikroskop durchgeführt. Der Restaustenitgehalt der Proben aus den Glühsimulationen und den Dilatometerversuchen wurde mittels einer magnetischen Methode bestimmt. In Zugversuchen wurden die mechanischen Eigenschaften der Proben aus den Glühversuchen untersucht.

Als wesentliche Schlussfolgerung aus den Versuchen mit den molybdänlegierten Varianten ist festzustellen, dass 0.2 – 0.5 % Molybdän zu viel für einen TRIP-Stahl mit konventioneller Matrix sind, da auch bei extrem langsamer Zwischenkühlung bzw. bei langem isothermem Halten in der Bainitzone nicht genug vorbainitischer Ferrit bzw. Bainit gebildet wird um zufriedenstellende Dehnungswerte zu erzielen.

Die kornfeinende und damit festigkeitssteigernde Wirkung von Niob ist sehr effektiv: Durch Zugabe kleiner Niob-Mengen kann auch ohne Modifikation der übrigen

Herstellungsparameter (Wärmebehandlung) eine deutliche Festigkeitssteigerung erreicht werden. Durch die Wirkung der Niob-Karbide als Keimbildungsstellen für die voreutektoide Ferritbildung werden durch Zulegieren von Niob vor allem die während der Zwischenkühlung von der interkritischen Glüh Temperatur auf die isotherme Haltetemperatur in der Bainitstufe stattfindenden Phasenumwandlungen beeinflusst.

Durch Zulegieren von Nickel, Kupfer oder Chrom kann die Bainitmenge im Gefüge gesteigert werden. Allerdings besteht bei hohen Kühlraten die Gefahr der vorbainitischen Martensitbildung, was auf Kosten des Restaustenitanteils und damit der gewünschten mechanischen Eigenschaften des TRIP-Stahls geht.

Bei den Nickel-Varianten ist im Vergleich mit der Basislegierung auch die Restaustenitstabilität gegen die verformungsinduzierte Martensitbildung erhöht.

Die besten Eigenschaftskombinationen wurden mit den Legierungen der Silizium/Mangan-Serie erzielt. Speziell die Legierungen SiMn-2 und SiMn-3 besitzen hervorragende mechanische Eigenschaften – sie entsprechen bei optimaler Wärmebehandlung der Norm eines „TRIP 1000“. Bei der Optimierung der Wärmebehandlung ist besonders auf die Zwischenkühlrate zu achten: Bei erhöhtem Si- und gleichzeitig abgesenktem Mn-Gehalt wird durch den ferritstabilisierenden Effekt des Siliziums während langsamer Zwischenkühlung relativ viel voreutektoider Ferrit gebildet, was zur Stabilisierung des Austenits durch Kohlenstoffanreicherung führt.

Bei erhöhtem Mangangehalt hingegen kommt – besonders während der interkritischen Glühung und der Overagingbehandlung – die austenitstabilisierende Wirkung des Mangans zum Tragen: Beim Glühen im $\alpha+\gamma$ – Zweiphasengebiet wird mehr Austenit gebildet, der dann beim isothermen Halten in der Bainitzone besonders umwandlungsfreudig ist.

Bibliographie

- 1 V.F. Zackay; E.R. Parker; D. Fahr; R. Busch. The enhancement of ductility in high-strength steels, *Transactions of the ASM*, **60** (1967); 252 - 259
- 2 J. Ohlert. Einfluss von chemischer Zusammensetzung und Herstellungsverlauf auf Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften von TRIP-Stählen, *Berichte aus dem IEHK*, **Band 13** (2003)
- 3 A. Mark; D. Boyd; E. Essadiqi. The effects of microstructure on stability of retained austenite in multiphase steels, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 307 - 313
- 4 S. Traint. Phase transformations and mechanical properties of low alloyed dual-phase and TRIP-steels, *Fortschritt-Berichte VDI*, **Reihe 5; Nr. 656** (2002);
- 5 H. Beladi; A. Zarei-Hanzaki; P. Hodgson; S. Yue. Austenite formation in Si-Mn TRIP steels, *J.J. Jonas Symposium on Thermomechanical Processing of Steel*; August 20 - 23, Ottawa; 2000; 515 - 526
- 6 H.-B. Ryu; J.G. Speer; J.P. Wise. Effect of thermomechanical processing on the retained austenite content in a Si-Mn Transformation-Induced-Plasticity steel, *Met. Trans. A*, **33A** (September 2002); 2811 - 2816
- 7 S.-J. Kim; C.G. Lee; I. Choi; S. Lee. Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0.15 wt pct C transformation-induced plasticity-aided cold-rolled steel sheets, *Met. Trans. A*, **32 A** (March 2001); 505 - 514
- 8 Y. Sakuma; O. Matsumura; O. Akisue. Influence of C content and annealing temperature on microstructure and mechanical properties of 400 C transformed steel containing retained austenite, *ISIJ International*, **31, No.11** (1991); 1348 - 1353
- 9 S. Godet; C. Georges; P.C. Jacques. On the austenite retention in low alloy steels, *45th Mechanical Working and Steel processing Conference Proceedings*, **Vol. XLI** (2003); 523 - 536

- 10 E. Doege; S. Kulp; C. Sunderkötter. Properties and application of TRIP-steel in sheet metal forming, *Steel Research*, **73**; No 6+7 (2002); 303 - 308
- 11 M. Takahashi; H. Yoshida; S. Hiwatashi. Properties of TRIP type high strength steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 171 - 179
- 12 J. Wang; S. Van der Zwaag. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel, *Met. Trans. A*, **32 A** (June 2001); 1527 - 1539
- 13 Y. Pyshmintsev; M. De Meyer; B.C. De Cooman; R.A. Savray; V.P. Shveykin; M. Vermeulen. The influence of the stress state on the plasticity of transformation induced plasticity-aided steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **33A** (June 2002); 1659 - 1667
- 14 I.B. Timokhina; P.D. Hodgson; E.V. Pereloma. Effect of Microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **35A** (August 2004); 2331 - 2341
- 15 K. Sugimoto; M. Misu; M. Kobayashi; H. Shirasawa. Effects of second phase morphology on retained austenite morphology and tensile properties in a TRIP-aided dual-phase steel sheet, *ISIJ International*, **33**; No. 7 (1993); 775 - 782
- 16 S.-J. Kim; C.G. Lee; I. Choi; S. Lee. Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0.15 wt pct C transformation-induced plasticity-aided cold-rolled steel sheets, *Met. Trans. A*, **32 A** (March 2001); 505 - 514
- 17 S.C. Baik; S. Kim; Y.S. Jin; O. Kwon. Effects of alloying elements on mechanical properties and phase transformation of cold rolled TRIP steels, *ISIJ International*, **41**, No.3 (2001); 290 - 297
- 18 P. Jacques; E. Girault; T. Catlin; N. Geerlofs; T. Kop; S. Van der Zwaag; F. Delannay. Bainite transformation of low carbon Mn-Si TRIP-assisted multiphase steels. influence of silicon content on cementite precipitation and austenite retention, *Mat. Sci. Eng. A*, **273 - 275** (1999); 475 - 479

- 19 C.G. Lee; S.-J. Kim; C.-S. Oh; S. Lee. Effects of heat treatment and Si addition on the mechanical properties of 0.1 wt pct C TRIP-aided cold-rolled steels, *ISIJ International*, **42**; No. 10 (2002); 1162 - 1168
- 20 P. Jacques; E. Girault; Ph. Harlet; F. Delannay. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Low Silicon TRIP-assisted multiphase steels, *ISIJ International*, **41**, No. 9 (2001); 1061 - 1067
- 21 W.S. Owen. The effect of silicon on the kinetics of tempering, *Transactions of the ASM*, **46** (1954); 812 - 829
- 22 S. Kim; K. Chin. Effect of alloying elements and manufacturing conditions on the mechanical properties of cold rolled TRIP steels, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 99 - 103
- 23 P. Jacques; E. Girault; Ph. Harlet; F. Delannay. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Low Silicon TRIP-assisted multiphase steels, *ISIJ International*, **41**, No. 9 (2001); 1061 - 1067
- 24 C.G. Lee; S.-J. Kim; C.-S. Oh; S. Lee. Effects of heat treatment and Si addition on the mechanical properties of 0.1 wt pct TRIP-aided cold-rolled steels, *ISIJ International*, **42**; No. 10 (2002); 1162 - 1168
- 25 J. Mahieu; J. Maki; B.C. De Cooman; S. Claessens. Phase transformation and mechanical properties of Si-free CMnAl transformation-induced plasticity-aided steel, *Met. Trans. A*, **33A** (August 02); 2573 - 2580
- 26 A. Pichler; P. Stiaszny; R. Potzinger; R. Tikal; E. Werner. TRIP steels with reduced Si content, *Steel Research*, **70**; No. 11 (1999); 459 - 465
- 27 K. Sugimoto; S. Hashimoto; S. Ikeda. Ultra high-strength low-alloy TRIP-aided sheet steels with bainitic ferrite matrix, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 63 - 70
- 28 H.C. Chen; H. Era; M. Shimizu. Effect of phosphorus on the formation of retained austenite and mechanical properties in Si-containing low-carbon steel sheet, *Met. Trans. A*, **20A** (March 1989); 437 - 445

- 29 J. Mahieu; D. Van Dooren; L. Barbé; B.C. De Cooman. Influence of Al, Si and P on the kinetics of intercritical annealing of TRIP-aided steels. thermodynamical prediction and experimental verification, *Steel Research*, **73**, No. 6+7 (2002); 267 - 273
- 30 M. Gallagher; J.G. Speer; D.K. Matlock; N.M. Fonstein. Microstructure development in TRIP-sheet steels containing Si, Al, and P, *44th MWSP Conf. Proc.*, Vol. **XLI** (2002); 153 - 172
- 31 S. Traint; A. Pichler; K. Hauzenberger; P. Stiaszny; E. Werner. Influence of silicon, aluminium, phosphorus and copper on the phase transformations of low-alloyed TRIP-steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 121 - 128
- 32 S. Traint; A. Pichler; P. Stiaszny; E. Werner. Silicon and aluminium in low alloyed TRIP-steels, *44th MWSP Conf. Proc.*, Vol. **XLI** (2002); 139 - 152
- 33 S.C. Baik; S.H. Park; O. Kwon; D.-I. Kim; K.H. Oh. Effects of nitrogen on the mechanical properties of cold rolled TRIP steel sheets, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 303 - 309
- 34 B. Röthler; S. Traint; A. Pichler. Possibilities for the selective improvement of the mechanical properties of TRIP steels - Considering as example two steels with different carbon contents, *to be published in: Dr. Ing. Alain Hazotte (Editor). Solid State Transformation and Heat Treatment; Wiley-VCH; "Publications of EUROMAT 2003"*
- 35 D. Quidort; Y. Bréchet. The role of carbon on the kinetics of bainite transformation in steels, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 151 - 156
- 36 P. Jacques; E. Girault; A. Mertens; B. Verlinden; J. van Humbeeck.; F. Delannay. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Al-alloyed TRIP-assisted multiphase steels, *ISIJ International*, **41**, No. 9 (2001); 1068 - 1074
- 37 S. Traint; A. Pichler; M. Blaimschein; B. Röthler; C. Kremaszky; E. Werner. Alloy design, processing and properties of TRIP-steels. a critical comparison, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 79 - 98
- 38 E. Houdrement. Einführung in die Sonderstahlkunde, *Springer Verlag Berlin* (1956); 911 - 926

- 39 Y. Sakuma; O. Matsumura; H. Takechi. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite-transformed steels and their variation with Si and Mn additions, *Met. Trans. A*, **22A** (February 1991); 489 - 498
- 40 S.K. Liu; J. Zhang. The influence of the Si and Mn concentrations on the kinetics of the bainite transformation in Fe-C-Si-Mn alloys, *Met. Trans. A*, **21A** (June 1990); 1517 - 1525
- 41 L. Laquerbe; J. Neutjens ; Ph. Harlet ; F. Caroff; P. Cantinieaux. New processing route for the production of Silicon-free TRIP-assisted cold-rolled and galvanized steels, *Proc. 41st Mechanical Working and Steel Processing Conf., Oct. 24-27, 1999 Baltimore*, **XXXVII**; 89 - 99
- 42 E. Girault; A. Mertens; P. Jacques; Y. Houbaert; B. Verlinden; J. van Humbeeck. Comparison of the effects of silicon and aluminium on the tensile behaviour of multiphase TRIP-assisted steels, *Scripta Materialia*, **44** (2001); 885 - 892
- 43 F.C. Chen; C.P. Chou; P. Li; S.L. Chu. Effect of aluminium on TRIP Fe-Mn-Al alloy steels at room temperature, *Mat. Sci. Eng. A*, **160** (1993); 261 - 270
- 44 S. Traint; A. Pichler; R. Tikal; P. Stiaszny; E. Werner. Influence of manganese, silicon and aluminium on the transformation behaviour of low alloyed TRIP-steels, *Proc. 42nd Mechanical Working and Steel Processing Conf., Oct. 23-25, Toronto, 2000*; **XXXVIII**; 549 - 561
- 45 S. Traint; A. Pichler; P. Stiaszny; K. Spiradek-Hahn; E. Werner. Mechanical properties and phase transformation of an aluminium alloyed TRIP steel, *43rd Mechanical Working and Steel Processing Conf., Oct. 29-31, 2001; Charlotte*, **XXXIX**; 449 - 467
- 46 M. De Meyer; D. Vanderschueren; B.C. De Cooman. The influence of the substitution of Si by Al on the properties of cold rolled C-Mn-Si TRIP steels, *ISIJ International*, **39; No. 8** (1999); 813 - 822
- 47 A. Pichler; S. Traint; H. Pauli; H. Mildner; J. Szinyur; M. Blaimschein; P. Stiaszny; E. Werner. Processing and properties of cold rolled TRIP-steels, *43rd Mechanical Working and Steel Processing Conf., Oct. 29-31, 2001, Charlotte*, **XXXIX**; 411 - 434

- 48 R. Pradhan; J.P. Wise. Aluminium-Rich, TRIP-Aided Steels. Effects of Alloying Additions & Processing, *45th Mechanical Working and Steel processing Conference Proceedings*, **Vol. XLI** (2003); 153 - 171
- 49 M. De Meyer; D. Vanderschueren; B.C. De Cooman. The influence of Al on the properties of cold rolled C-Mn-Si TRIP-steels, *42nd Mechanical Working and Steel Processing Conf., Oct. 23-25, 2000, Toronto*, **XXXVIII**; 265 - 276
- 50 A. Mertens; P. Jacques; P. Harlet; F. Delannay. On the optimisation of the mechanical properties of two aluminium-alloyed multiphase TRIP-aided steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 293 - 298
- 51 S. Papaefthymiou; W. Bleck; S. Kruijver; L. Zhao; J. Sietsma; S. van der Zwaag. Microstructure development and mechanical behaviour of Al-containing TRIP-steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 341 - 345
- 52 S. Van der Zwaag; L. Zhao; S. Kruijver; J. Sietsma. Thermal and mechanical stability of retained austenite in aluminium-containing multiphase TRIP steels, *ISIJ International*, **42, No. 12** (2002); 1565 - 1570
- 53 J. Mahieu; J. Maki; B.C. De Cooman; S. Claessens. Phase transformation and mechanical properties of Si-free CMnAl transformation-induced plasticity-aided steel, *Met. Trans. A*, **33A** (August 2002); 2573 - 2580
- 54 R. W. K. Honeycombe; H. K. D. H. Bhadeshia. Steels. Microstructure and Properties, *Butterworth – Heinemann, Oxford, Auckland, Boston, Johannesburg, Melbourne, New Dehli*, **2nd edition** (1995)
- 55 I.B. Timokhina; P.D. Hodgson; E.V. Pereloma. Effect of alloying elements on the microstructure-property relationship in thermomechanically processed C-Mn-Si TRIP steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 153 - 157
- 56 M. De Meyer. *PhD Thesis*, Ghent (2003)
- 57 Y. Sakuma; D.K. Matlock; G. Krauss. Effect of molybdenum on microstructure and mechanical properties of intercritically annealed and isothermally transformed low carbon steel, *Materials Science and Technology*, **9** (August 1993); 718 - 724

-
- 58 M. Bouet; J. Root; E. Essadiqi; S. Yue. The effect of Mo in Si-Mn Nb-bearing TRIP steels, *Materials Science Forum*, **284 - 286** (1998); 319 - 326
- 59 A. Zarei-Hanzaki; P.D. Hodgson; S. Yue. Hot deformation characteristics of Si-Mn TRIP steels with and without Nb microalloy additions, *ISIJ International*, **35, No. 3** (1995); 324 - 331
- 60 A. Zarei-Hanzaki; P.D. Hodgson; S. Yue. Retained austenite characteristics in thermomechanically processed Si-Mn transformation-induced plasticity steels, *Met. Trans. A*, **28A** (Nov 97); 2405 - 2414
- 61 J. Ohlert; W. Bleck; K. Hulka. Control of microstructure in TRIP steels by niobium, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 199 - 206
- 62 S. Jiao; F. Hassani; R.L. Donaberger; E. Essadiqi; S. Yue. The effect of processing history on a cold rolled and annealed Mo-Nb microalloyed TRIP steel, *ISIJ International*, **42, No. 3** (2002); 299 - 303
- 63 L. Tosal-Martínez; D. Vanderschueren; S. Jacobs; S. Vandeputte. Development of a hot rolled Nb-bearing Si-TRIP steel with excellent fatigue behaviour for automotive applications, *Steel Research*, **72, No. 10** (2001); 412 - 415
- 64 G.I. Rees; J. Perdrix; T. Maurickx; H.K.D.H. Bhadeshia. The effect of niobium in solid solution on the transformation kinetics of bainite, *Mat. Sci. Eng. A*, **A194** (1995); 179 - 186
- 65 D. Krizan; B.C. De Cooman; J. Antonissen. Retained austenite stability in the cold rolled CMnAlSiP micro-alloyed TRIP steels, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 205 - 215
- 66 E.V. Pereloma; I.B. Timokhina; P.D. Hodgson. Transformation behaviour in thermomechanically processed C-Mn-Si TRIP steels with and without Nb, *Mat. Sci. Eng. A*, **A273-275** (1999); 448 - 452
- 67 K. Papamantellos. Umwandlungsverhalten und mechanisch-technologische Eigenschaften von niedrig legierten TRIP - Stählen, *Dissertation RWTH Aachen*; 49 - 51

- 68 A.J. DeArdo; M. Hua; C.I. Garcia; V. Thillou. Precipitation hardening of ferrite in commercially processed niobium-bearing HSLA steels, *MS & T Conf. Proc.*; *New Orleans, Louisiana, September 26-29, 2004*; 3 - 10
- 69 S. Hashimoto; S. Ikeda; K. Sugimoto; S. Miyake. Effect of Nb and Mo addition on the mechanical properties of hot rolled TRIP-aided steel sheets, *International Conf. on Advanced High Strength Sheet Steels for Automotive Applications Proc.*, *Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 195 - 203
- 70 H. Takechi. Effect of niobium addition on the formation of retained austenite in hot rolled TRIP steel, *HSLA Steels 2000*; edited by Liu Guoquan, Wang Zubin and Zang Hongtao; Beijing. *The Metallurgical Industry Press* (2000); 113 - 118
- 71 W. Bleck; K. Hulka; K. Papamantellos. Effect of niobium on the mechanical properties of TRIP steels, *Materials Science Forum*, **284 - 286** (1998); 327 - 334
- 72 D. Krizan; J. Antonissen; L. Barbé; B.C. De Cooman. Properties of Austenite in Micro-Alloyed C-Mn-Al-Si-P TRIP Steels, *45th Mechanical Working and Steel processing Conference Proceedings*, **Vol. XLI** (2003); 437 - 448
- 73 K. Hulka; W. Bleck; K. Papamantellos. Relationships between heat treatment conditions, microstructure and properties of niobium microalloyed TRIP steel, *41st MWSP Conf. Proc.*, *ISS*, , *Baltimore, MD, Oct. 24-27, 1999*, *Iron & Steel Society, Warrendale, PA, USA*, **XXXVII**; 66 - 77
- 74 S. Traint; A. Pichler; K. Spiradek-Hahn; K. Hulka; E. Werner. The influence of Nb on the phase transformations and mechanical properties in Al- and Si-alloyed TRIP-steels, *45th Mechanical Working and Steel processing Conference Proceedings; Austenite Formation and Decomposition*, **Vol. XLI** (2003); 577 - 594
- 75 J. D. Verhoeven. *Fundamentals of physical metallurgy*, *Wiley* (1975)
- 76 G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, *Springer Verlag Berlin* (1998)
- 77 S.-J. Kim; C.G. Lee; T.-H. Lee; C.-S. Oh. Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15 wt.% C TRIP-aided cold rolled steels, *Scripta Materialia*, **48** (2003); 539 - 544

-
- 78 S. Traint; E.A. Werner; A. Pichler; P. Stiaszny. Niedriglegiert TRIP-Feinbleche mit Kupferzusatz, *BHM, Springer Verlag*; 144. Jg., **Heft 9** (1999); 362 - 368
- 79 D.T. Llewellyn. Copper in steels, *Ironmaking and Steelmaking*, **22**; **No. 1** (1995); 25 - 34
- 80 B. Mintz; R. Abushosha; D.N. Crowther. Influence of small additions of copper and nickel on hot ductility of steels & the influence of continuous casting, *Materials Science and Technology*, **11** (1995); 474 - 481
- 81 Y. Mi. Effect of Cu, Mo, Si on the content of retained austenite of austempered ductile iron, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **32**, **No. 9** (1995); 1313 - 1317
- 82 S.S. Ghasemi Banadkouki; D. Yu; D.P. Dunne. Age hardening in a Cu-bearing high-strength low alloy steel, *ISIJ International*, **36**, **No. 1** (1996); 61 - 67
- 83 Q. Chen; Z. Jin. The Fe-Cu system. a thermodynamic evaluation, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **26A** (February 1995); 417 - 425
- 84 G. Fourlaris; A.J. Baker; G.D. Papadimitriou. A microscopic examination of the precipitation phenomena occurring during the isothermal pearlitic transformation in high carbon-copper nickel steels, *Acta metall. Mater.*, **43**; **No. 12** (1995); 4421 - 4438
- 85 D.P. Dunne; S.S. Ghasemi Banadkouki; D. Yu. Isothermal transformation products in a Cu-bearing high strength low alloy steel, *ISIJ International*, **36**, **No. 3** (1996); 324 - 333
- 86 A.N. Vasilakos; J. Ohlert; K. Giasla; G.N. Haidemenopoulos; W. Bleck. Low-alloy TRIP steels. a correlation between mechanical properties and the retained austenite stability, *Steel Research*, **73**, **No. 6+7** (2002); 249 - 252
- 87 M.T. Miglin; J.P. Hirth; A.R. Rosenfield; W.A.T. Clark. Microstructure of a quenched and tempered Cu-bearing high-strength low-alloy steel, *Met. Trans. A*, **17A** (May 1986); 791 - 798
- 88 A. Deschamps; M. Militzer; W.J. Poole. Precipitation kinetics and strengthening of a Fe-0.8wt% Cu alloy, *ISIJ International*, **41**; **No. 2** (2001); 196 - 205

-
- 89 Takahashi; M. Iino. Microstructural refinement by Cu addition and its effect on strengthening and toughening of sour service line pipe steels, *ISIJ International*, **36**, No. 2 (1996); 241 - 245
- 90 S.-J. Kim; C.G. Lee. Mechanical properties of low carbon TRIP-aided cold-rolled steel sheets containing tramp elements, *CAMP-ISIJ*, Vol. 12 (1999); 1217
- 91 S.-J. Kim; C.G. Lee; W.-C. Jeong; I. Park. Microstructures and mechanical properties of the 0.15 % C TRIP-aided cold-rolled steels containing Cu, Ni and Cr, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 165 - 169
- 92 I.B. Timokhina; A.I. Nosenkov; J.J. Jonas; E.V. Pereloma. Effect of carbide formation on the microstructure and texture of warm rolled and annealed low carbon steels containing Cr and B, *MS & T Conf. Proc.; New Orleans, Louisiana, September 26-29, 2004 (2004)*; 543 - 550
- 93 L. Zhao; J. Moreno; S. Kruijver; J. Sietsma; S. van der Zwaag. Influence of intercritical annealing temperature on phase transformations in a high aluminium TRIP steel, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 141 - 146
- 94 M. De Meyer; J. Mahieu; B.C. De Cooman. Empirical microstructure prediction method for combined intercritical annealing and bainitic transformation of TRIP steel, *Materials Science and Technology*, **18** (2002); 1121 - 1132
- 95 R. Petrov; L. Kestens; Y. Houbaert. Recrystallization of a cold rolled TRIP-assisted steel during reheating for intercritical annealing, *ISIJ International*, **41**; No. 8 (2001); 883 - 890
- 96 D.K. Mondal; A.M. Popli; S.B. Mukherjee. Effect of intercritical annealing temperatures and cooling rates on C-Mn-Si-V dual-phase steel, *Steel Grips*, **1**, No. 1 (2003); 27 - 36
- 97 Y. Ohmori. Microstructural evolutions with precipitation of carbides in steels, *ISIJ International*, **41**; No. 6 (2001); 554 - 565

-
- 98 S.O. Kruijver; L. Zhao; J. Sietsma; E.M. Lauridsen; H.F. Poulsen; S.E. Offerman; N.H. van Dijk; L. Margulies; S. Grigull; S. Van der Zwaag. The mechanical stability of austenite in TRIP steel observed by 3D X-ray microdiffraction, *J.J. Jonas Symposium on Thermomechanical Processing of Steel*; August 20 - 23, Ottawa 2000 (2000)
- 99 B.K. Jha; S. Dwivedi; N.S. Mishra. Prediction of mechanical properties of multiphase steels containing retained austenite, *Journal of Materials Engineering and Performance*, **11**, No. 1 (February 2002); 103 - 106
- 100 H.S. Kim; S.I. Hong; S.J. Kim. On the rule of mixtures for predicting the mechanical properties of composites with homogeneously distributed soft and hard particles, *Journal of Materials Processing Technology*, **112** (2001); 109 - 113
- 101 T. Iwamoto; Y. Kawagishi; T. Tsuta; S. Morita. Identification of constitutive equation for TRIP steel and its application to improve mechanical properties, *JSME International Journal A*, **44**; No. 4 (2001); 443 - 452
- 102 I.B. Timokhina; E.V. Pereloma; P.D. Hodgson. Microstructure and mechanical properties of C-Si-Mn(-Nb) TRIP steels after simulated thermomechanical processing, *Materials Science and Technology*, **17** (February 2001); 135 - 140
- 103 P. Jacques; J. Ladrière; F. Delannay. On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation induced plasticity multiphase steels, *Met. Trans. A*, **32 A** (November 2001); 2759 - 2768
- 104 A. Pichler; S. Traint; M. Blaimschein; J. Sperl; P. Stiaszny; E. Werner. Correlation between thermal treatment, retained austenite stability and mechanical properties of low-alloyed TRIP steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys*, June 19 - 21, 2002, Ghent; 171 - 179
- 105 H.-B. Ryu; J.G. Speer; J.P. Wise. Effect of thermomechanical processing on the retained austenite content in a Si-Mn Transformation-Induced-Plasticity steel, *Met. Trans. A*, **33A** (September 2002); 2811 - 2816
- 106 A.N. Vasilakos; K. Papamantellos; G.N. Haidemenopoulos; W. Bleck. Experimental determination of the stability of retained austenite in low alloy TRIP steels, *Steel Research*, **70**, No. 11 (1999); 466 - 471

-
- 107 A.M. Streicher; J.G. Speer; D.K. Matlock. Forming response of retained austenite in a C-Si-Mn high strength TRIP sheet steel, *Steel Research*, **73**, No. 6+7 (2002); 287 - 293
- 108 S. Godet; C. Georges; P.C. Jacques. On the austenite retention in low alloy steels, *45th Mechanical Working and Steel processing Conference Proceedings*, Vol. XLI (2003); 523 - 536
- 109 J. Wang; S. Van der Zwaag. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel, *Met. Trans. A*, **32 A** (June 2001); 1527 - 1539
- 110 F. Fazeli; M. Militzer. Towards an austenite decomposition model for TRIP steels, *Steel Research*, **73**, No. 6+7 (2002); 242 - 248
- 111 M.-X. Zhang; P.M. Kelly. Accurate orientation relationship between ferrite and austenite in low carbon martensite and granular bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 749 - 755
- 112 B. Verlinden; Ph. Bocher; E. Girault; E. Aernoudt. Austenite texture and bainite/austenite orientation relationships in TRIP steel, *Scripta Materialia*, **45** (2001); 909 - 916
- 113 P. Jacques; X. Cornet; Ph. Harlet; J. Ladriere; F. Delannay. Enhancement of the mechanical properties of a low-carbon, low-silicon steel by formation of a multiphased microstructure containing retained austenite, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **29A** (Sep 98); 2383 - 2393
- 114 B. Timokhina; P. D. Hodgson; E.V. Pereloma. Effect of strain and morphology of the bainitic microstructure on the retained austenite stability and mechanical properties of thermomechanically processed C-Mn-Si(-Nb) TRIP steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 181 - 185
- 115 A. Matsuzaki; H.K.D.H. Bhadeshia. Effect of austenite grain size and bainite morphology on overall kinetics of bainite transformation in steels, *Materials Science and Technology* **15** (May 1999); 518 - 522

- 116 W. Bleck; S. Kranz; J. Ohlert; K. Papamantellos. Effect of the testing temperature on the mechanical behavior of low and high alloyed steels showing the TRIP effect, *Proc. 41st Mechanical Working and Steel Processing Conference, XXXVII, Baltimore, MD, Oct. 24-27, 1999, Iron & Steel Society, Warrendale, PA, USA*; 295 – 305
- 117 W.-C. Jeong; D.K. Matlock; G. Krauss. Effect of tensile testing temperature on deformation and transformation behavior of retained austenite, *Mater. Sci. Eng.*; **A165** (1993); 9 - 18
- 118 M. De Meyer; L. Kestens; B.C. De Cooman. Texture development in cold rolled and annealed C-Mn-Si and C-Mn-Al-Si TRIP steels, *Materials Science and Technology*, **17** (November 01); 1353 - 1359
- 119 J.R. Patel; M. Cohen. Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation, *Acta Met.*, **1** (1953); 531 - 538
- 120 S. A. Kulin; M. Cohen; B.L. Averbach. Effect of applied stress on the martensitic transformation, *Trans. AIME*, (1952); 661 - 668
- 121 G. Reisner. Micromechanical modelling of strain induced martensitic transformation in Cu-Fe-alloys and in low alloyed TRIP-steels, *Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 18, Nr. 214* (1997)
- 122 Y. Pyshmintsev; M. De Meyer; B.C. De Cooman; R.A. Savray; V.P. Shveykin. M. Vermeulen. The influence of the stress state on the plasticity of transformation induced plasticity-aided steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **33A** (June 2002); 1659 - 1667
- 123 J. Wang; S. Van der Zwaag. Theoretical study of P-containing transformation-induced plasticity steel - part 1. determination of the phosphorus concentration, *Z. Metallkunde*, **92, No. 12** (2001); 1299 - 1305
- 124 J. Wang; S. Van der Zwaag. Theoretical study of P-containing transformation-induced plasticity steel - part 2. analysis of the potential TRIP effect, *Z. Metallkunde*, **92, No. 12** (2001); 1306 - 1311
- 125 L. Barbé; L. Tosal-Martínez; B. De Cooman. Effect of phosphorus on the properties of a cold rolled and intercritically annealed TRIP-aided steel, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 147 - 151

-
- 126 A. Lucas; J.-C. Herman; A. Schmitz. Cu-containing TRIP steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 231 - 236
- 127 C. Scott; P. Maugis; P. Barges; M. Gouné. Microalloying with vanadium in TRIP steels, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9 2004 (2004)*; 181 - 193
- 128 J.-Y. Cho; D.-W. Suh; J.-H. Kang.; H.-C. Lee. Orientation distribution of proeutectoid ferrite nucleated at prior austenite grain boundaries in vanadium-added steel, *ISIJ International*, **42**, No. 11 (2002); 1321 - 1323
- 129 K. Sugimoto; R. Kikuchi; S. Hashimoto. Development of high strength low alloy TRIP-aided steels with annealed martensite matrix, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 31 - 37
- 130 K. Sugimoto; K. Nakano; S.-M. Song, T. Kashima. Retained austenite characteristics and stretch-flangeability of high-strength low-alloy TRIP type bainitic sheet steels, *ISIJ International*, **42**, No. 4 (2002); 450 - 455
- 131 K. Sugimoto; A. Hayakawa; S. Hashimoto; S. Ikeda. Development of high strength low alloy TRIP-aided steels with ultra fine grain, *Materials Science Forum*, Vols. **426 – 432** (2003); 1469 - 1474
- 132 K. Sugimoto; A. Kanda; R. Kikuchi; S. Hashimoto; T. Kashima; S. Ikeda. Ductility and formability of newly developed high strength low alloy TRIP-aided sheet steels with annealed martensite matrix, *ISIJ International*, **42**; No. 8 (2002); 910 - 915
- 133 A.M. Streicher; J.G. Speer; D.K. Matlock; B.C. DeCooman. Quenching and partitioning response of a Si-added TRIP sheet steel, *AHSS Proc.; Winter Park, Colorado, June 6-9, 2004*; 51 - 62
- 134 F.L.H. Gerdemann; J.G. Speer; D.K. Matlock. Microstructure and hardness of steel grade 9260 heat-treated by the quenching and partitioning (Q&P) process, *MS & T Conf. Proc.; New Orleans, Louisiana, September 26-29, 2004*; 439 - 449
- 135 S. Van der Zwaag; J. Wang. A discussion on the atomic mechanism of the bainitic reaction in TRIP steels, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 169 - 173
- 136 H.I. Aaronson; G. Spanos; W.T. Reynolds jr.. A progress report on the definitions of bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 139 - 144

-
- 137 Z. Yang; C. Zhang; H. Fang; J. Yang; B. Bai; J. Wang. A rationalization of sympathetic nucleation-ledgewise growth theory of bainite transformation in Fe-C alloys, *J. Mater. Sci. Technol.*, **17**, No. 4 (2001); 433 - 438
- 138 H.I. Aaronson; J.M. Rigsbee; B.C. Muddle; J.F. Nie. Aspects of the surface relief definition of bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 207 - 212
- 139 Y. Ohmori. Crystallographic aspects of bainite transformation in steels, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 201 - 206
- 140 B.C. Muddle; J.F. Nie. Formation of bainite as a diffusional-displacive phase transformation, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 187 - 192
- 141 H.J. Maier; U. Ahrens. Isothermal bainitic transformation in low-alloy steels. factors limiting prediction of the resulting material's properties, *Z. Metallkunde*, **93**, No. 7 (2002); 712 - 718
- 142 M. Hillert. Paradigm shift for bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 175 - 180
- 143 M. Enomoto. Partition of carbon and alloying elements during the growth of ferrous bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 145 - 149
- 144 G.J. Shiflet; R.E. Hackenberg. Partitioning and the growth of bainite, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 163 - 167
- 145 E. Girault; P. Jacques; P. Ratchev; J. van Humbeeck; B. Verlinden; E. Aernoudt. Study of the temperature dependence of the bainite transformation rate in a multiphase TRIP-assisted steel, *Mat. Sci. Eng. A*, **273 - 275** (1999); 471 - 474
- 146 H.-S. Fang; J.-B. Yang; Z.-G. Yang; B.Z. Bai. The mechanism of bainite transformation in steels, *Scripta Materialia*, **47** (2002); 157 - 162
- 147 M. Bouet; R. Fillipone; E. Essadiqi; J. Root; S. Yue. Examination of fully bainitic structures in TRIP steels, *42nd Mechanical Working and Steel Processing Conf. Proc., 2000, Oct. 23-25, Toronto*, Vol. XXXVIII (2000); 55 - 62
- 148 S. Zaefferer; J. Ohlert; W. Bleck. A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel, *Acta mater.*, **52** (2004); 2765 - 2778

- 149 T. Iung; J. Drillet; A. Coutourier; C. Olier. Detailed study of the transformation mechanism in ferrous TRIP aided steels, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 31 – 37
- 150 P. Stiaszny; E. Tragl; A. Pichler; R. Angerer; M Hackl; W. Hackl. Development and application of a modern and effective annealing simulation equipment for process- and material development, *Proc. THERMEC 2000, Las Vegas, Dec. 4-8 (2000)*
- 151 G. Petzow. Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen, 6. Ed., *Gebrüder Bornträger; Berlin, Stuttgart*, (1994);
- 152 E. Weck; E. Leistner. Metallographic instructions for colour etching by immersion, Part I. Klemm colour etching, *Deutscher Verlag für Schweisstechnik (DVS) GmbH – Düsseldorf*, (1982);
- 153 F. LePera. Improved Etching Technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steel, *Journal of Metals*, (March 1980); 38 - 39
- 154 E. Girault; P. Jacques; Ph. Harlet; K. Mols; J. Van Humbeeck; E. Aernoudt; F. Delannay. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels, *Materials Characterization*, **40** (1998); 111 - 118
- 155 R.D. Lawson; D.K. Matlock; G. Krauss. An etching technique for microalloyed dual-phase steels, *Metallography*, **13** (1980); 71 - 87
- 156 A.K. De; J.G. Speer; D.K. Matlock. Color tint-etching for multiphase steels, *Advanced Materials and Processes*, (February 2003); 27 - 30
- 157 E. Horn; F. Berentzen. The use of electron microscopy to distinguish between martensite and lower bainite, *Practical Metallography*, **11** (1974); 323 - 335
- 158 E. Wirthl; A. Pichler; R. Angerer; P. Stiaszny; K. Hauzenberger; Y. Titovets; M. Hackl. Determination of the volume amount of retained austenite and ferrite in small specimens by magnetic measurements, *Int. Conf. On TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, June 19 - 21, 2002, Ghent*; 61 - 64
- 159 L. Zhao; N.H. van Dijk; E. Brück; J. Sietsma; S. van der Zwaag. Magnetic and x-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels, *Materials Science and Engineering*, **A313** (2001); 142 - 152

- 160 W. Dahl. Werkstoffkunde Eisen und Stahl. Teil 1. Grundlagen der Festigkeit, der Zähigkeit und des Bruches. Band 2
- 161 T. Gladman; F.B. Pickering. The effect of grain size on the mechanical properties of ferrous materials. *in: Yield, flow and fracture of polycrystals*, Ed. T.N. Baker, Applied Science Publishers, London & New York (1983) 141 - 198
- 162 H. Fischmeister; B. Karlsson. Plastizitätseigenschaften grob-zweiphasiger Werkstoffe. *Z. Metallkde.*, Bd. **68** (1977) H. 5; 311 - 327